

744

THÈSE

DE DOCTORAT D'ÉTAT

PRÉSENTÉE

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS
ORSAY

PAR

J. ROFES-VERNIS

SUJET DE LA THÈSE :

**Etude des traitements thermomécaniques
à haute température
de deux aciers autotrempants**

contenance : 10.02.1971

MM. J. FRIEDEL	Président
P. LACOMBE J. PHILIBERT	Examineurs
G. SAADA C. ROSSARD	Invités

THÈSE

DE DOCTORAT D'ÉTAT

PRÉSENTÉE

**A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE PARIS
ORSAY**

PAR

J. ROFES-VERNIS

SUJET DE LA THÈSE :

**Etude des traitements thermomécaniques
à haute température
de deux aciers autotrempants**

MM. J. FRIEDEL Président

P. LACOMBE }
J. PHILIBERT } Examineurs

G. SAADA }
C. ROSSARD } Invités



AVANT-PROPOS

Ce travail a été effectué dans les laboratoires de l'Institut de Recherches de la Sidérurgie française, à Saint-Germain-en-Laye. J'exprime ma reconnaissance à MM. L. COCHE, directeur général, A. CONSTANT, directeur des Recherches, et D. JORRE, directeur de l'Etablissement, pour la confiance qu'ils m'ont manifestée en me permettant d'effectuer ces travaux à l'I.R.S.I.D.

A. M. le Professeur J. FRIEDEL, qui a bien voulu accepter de me diriger au cours de ce travail, j'exprime ma profonde et respectueuse gratitude.

Mes plus vifs remerciements vont à MM. G. POMEY, chef du Groupe Métallurgie Physique, M. GRUMBACH, chef du Groupe Propriétés de l'Acier 2, G. MURRY, chef du Groupe Propriétés de l'Acier 1, et à MM. les Professeurs J. PHILIBERT et G. SAADA pour l'aide qu'ils m'ont apportée et pour les fructueuses discussions que nous avons eues ensemble.

Je remercie tout particulièrement MM. LE BON, MEYZAUD, THIVELLIER et SANZ pour la part qui leur revient dans l'accomplissement de ce travail dans le cadre de l'Unité de Recherche « Traitement Thermomécaniques des Aciers ».

Je voudrais remercier finalement tous mes collègues de l'I.R.S.I.D. qui, à des titres divers, ont rendu possible la réalisation de ce travail, et en particulier M. J. BOURGEOT, Mlle D. BRYCKAERT, MM. A. CAREL, G. FAIVRE, Mme S. GAUBE, MM. G. HENRY, G. JOANNES, G. MOREAU, C. PASCUAL, A. QUENNEVAT, B. THOMAS; ils ne m'en voudront pas de citer plus particulièrement Mme C. CRETIN et Mlle O. SÉNÉ pour leur compétence et leur aide efficace et précieuse lors de la mise en forme de ce texte.

SOMMAIRE

	<i>Pages</i>		<i>Pages</i>
CHAPITRE PREMIER		2.3. Essai de torsion à chaud 10	
GENERALITES SUR LES TRAITEMENTS THER-		2.3.1. Equivalence torsion-laminage 10	
MOMECAIQUES A HAUTE TEMPERATURE :		2.3.2. Description de l'appareillage 10	
BIBLIOGRAPHIE CRITIQUE.		2.4. Nuances d'acier étudiés et cycles de	
1.1. Définition et classification des traitements		T.T.M.H.T. réalisés 13	
thermomécaniques 1		2.5. Mesure des propriétés mécaniques 14	
1.2. Caractéristiques du T.T.M.H.T. 2		2.6. Essais dilatométriques 14	
1.3. Aperçu des travaux déjà réalisés dans ce		2.7. Observations métallographiques et radiocri-	
domaine 3		stallographiques 16	
1.3.1. Action des T.T.M.H.T. sur les pro-		CHAPITRE III	
priétés mécaniques des aciers 3		LES RESULTATS OBTENUS	
1.3.2. Action des T.T.M.H.T. sur les micro-		3.1. Comportement de l'austénite au cours de la	
structures des aciers 3		déformation à chaud 18	
A. Etat de départ (avant défor-		3.2. Résultats relatifs à l'acier 30 NC 11 20	
mation) 4		3.2.1. Structures austénitiques 20	
B. Effet de la déformation plastique		3.2.2. Structures martensitiques à l'état	
sur l'austénite 4		trempé. Propriétés mécaniques 21	
C. Particularités des martensites pro-		3.2.3. Etude du revenu 23	
venant des T.T.M.H.T. et les		a) Propriétés mécaniques 23	
problèmes posés par leur obser-		b) Précipitation de revenu 25	
vation 6		c) Observations dilatométriques et	
D. Revenu après T.T.M.H.T. 8		radio cristallographiques 28	
1.4. But de cette étude 8		d) Revenu dans les conditions fragi-	
		lisantes 28	
CHAPITRE II		3.3. Résultats relatifs à l'acier Z 30 C 13 29	
MOYENS MIS EN ŒUVRE ET CONDITIONS DE		3.3.1. Etude de la mise en solution	
REALISATION DES ESSAIS.		préalable 29	
2.1. Introduction 9		3.3.2. Structures martensitiques à l'état	
2.2. Principe d'équivalence dans la théorie du		trempé 30	
formage à chaud 9			

	<i>Pages</i>
3.3.3. Observations dilatométrique et radio-cristallographique du revenu	30
3.3.4. Propriétés mécaniques après revenu ..	32
3.4. Discussion des résultats obtenus	33
3.4.1. Question préliminaire	33
3.4.2. Le comportement à chaud des aciers	34
3.4.3. Structures et propriétés des marten-sites non revenues	34
3.4.4. Le vieillissement à la température ambiante après T.T.M.H.T.	35
3.4.5. Structures et propriétés des marten-sites revenues.....	36
3.5. Conclusions	36
3.4.1. Sur les mécanismes mis en évidence ..	37
3.5.2. Sur les conséquences pratiques des résultats obtenus	38

ANNEXES

A. LE PRINCIPE D'EQUIVALENCE ET LE CALCUL DES CONTRAINTES A CHAUD	
A.1. Introduction	38
A.2. Le principe d'équivalence	39

A.2.1. Le postulat thermodynamique de Drucker	39
A.2.2. Contrainte et déformation généralisées	41
A.2.3. Equivalence torsion-laminage ..	42
A.3. Calcul de la contrainte de cisaillement à la périphérie des éprouvettes lors d'un essai de torsion à chaud : appli-cation aux deux aciers étudiés	42
B. CALCUL DE LA TETRAGONALITE DE LA MARTENSITE A PARTIR DU PROFIL D'INTENSITE DE LA RAIE 110	43
B.1. Introduction	43
B.2. Le modèle mathématique	44
B.3. Description des calculs	45
B.4. Erreurs et limites de la méthode	47
C. CALCUL DE LA FRACTION VOLUMIQUE PRECIPITEE LORS DU REVENU	48
BIBLIOGRAPHIE	50

Etude des traitements thermomécaniques à haute température de deux aciers autotrempants

par J. ROFES-VERNIS

CHAPITRE I

Généralités sur les traitements thermomécaniques à haute température Bibliographie critique

1.1. — DÉFINITION ET CLASSIFICATION DES TRAITEMENTS THERMOMÉCANIQUES

D'après Duckworth¹ *un traitement thermomécanique (T.T.M.) est caractérisé par la réalisation d'une déformation plastique avant ou pendant une transformation allotropique, cette opération ayant pour but l'amélioration des propriétés mécaniques du produit final.* Pour les aciers, cette transformation allotropique est celle de l'austénite lors du refroidissement. Le produit final peut être martensitique, bainitique, ferrito-perlitique, etc.

selon le type d'acier et la loi de refroidissement après déformation.

D'après sa définition générique, un T.T.M. peut faire partie d'une opération de mise en forme à chaud (laminage, forgeage, etc.). Une opération de mise en forme à chaud devient un T.T.M. à partir du moment où l'on sait tirer profit des phénomènes de consolidation et recristallisation de l'austénite, produits par la déformation plastique, pour améliorer les caractéristiques mécaniques du produit final.

De la définition de Duckworth découle la classification présentée dans le tableau I :

TABLEAU I

	TEMPÉRATURE de déformation	PRODUIT FINAL	APPELLATION
Groupe I T.T.M.H.T.	$T > A_{c_3}$ (austénite stable)	martensite bainite ferrite et carbures	T.T.M.H.T. (M) T.T.M.H.T. (B) Laminage programmé
Groupe II T.T.M.B.T.	$M_s < T < A_{c_3}$ (austénite métastable)	martensite bainite ferrite et carbures	T.T.M.B.T. ou austéniformage Forgeage à température moyenne

Cette classification comprend seulement les T.T.M. des aciers comportant une déformation plastique avant la transformation allotropique $\gamma - \alpha^*$. Elle traduit *grosso modo* pour les aciers, les conditions de haute et basse température (respectivement $T > 0,6 T_f$ et $T < 0,6 T_f$), définies en fonction du comportement des matériaux lors de la déformation plastique². On parle ainsi de traitement thermomécanique à haute température (T.T.M.H.T.) ou de traitement thermomécanique à basse température (T.T.M.B.T.). Lors d'un T.T.M.H.T. on déforme l'austénite stable, lors d'un T.T.M.B.T. on déforme l'austénite métastable (« Ausforming » ou austéniformage).

Les T.T.M. ont été aussi appliqués à divers alliages métalliques avec un succès inégal. Nous retiendrons comme intéressants les travaux sur le T.T.M. des alliages à base de titane (p. 49 de la réf. 10). Sauf indication particulière, nous nous limiterons ici au T.T.M.H.T. des aciers à caractère trempant.

Dans ce premier chapitre nous dégagons les principaux paramètres qui caractérisent un cycle de T.T.M.H.T.; ceci afin de faire apparaître l'extrême diversité des conditions expérimentales possibles. Nous passons en revue, ensuite, les travaux déjà réalisés dans ce domaine. La discussion des phénomènes mis en évidence est faite avec référence aux travaux publiés. Nous tenons à souligner qu'au lieu de constituer un répertoire exhaustif, nous avons choisi comme références bibliographiques les travaux dont les résultats servent le mieux à illustrer les sujets discutés.

1.2. — CARACTÉRISATION DU T.T.M.H.T.

Un cycle de T.T.M.H.T. comporte les opérations (successives) suivantes (fig. 1) :

- a) Chauffage jusqu'à une température supérieure à A_{c3} ;
- b) Homogénéisation;
- c) Refroidissement jusqu'à la température de travail (supérieure à A_{c3});
- d) Déformation plastique.

e) Maintien éventuel à la température de travail après l'arrêt de la déformation;

f) Trempe (ou refroidissement rapide en général);

g) Revenu.

Etant donné le nombre des opérations, il est évident que la caractérisation d'un cycle de T.T.M.H.T. fait intervenir un assez grand nombre de variables. Nous appellerons ces variables les paramètres du T.T.M.H.T.

Ces paramètres sont les suivants :

- La vitesse de chauffage.
- La température d'austénitisation.
- La durée de l'austénitisation.
- La température de déformation.
- La vitesse de déformation.
- La quantité totale de déformation si elle a été effectuée en une seule fois*.
- Le temps de maintien avant trempe.
- La vitesse de refroidissement.

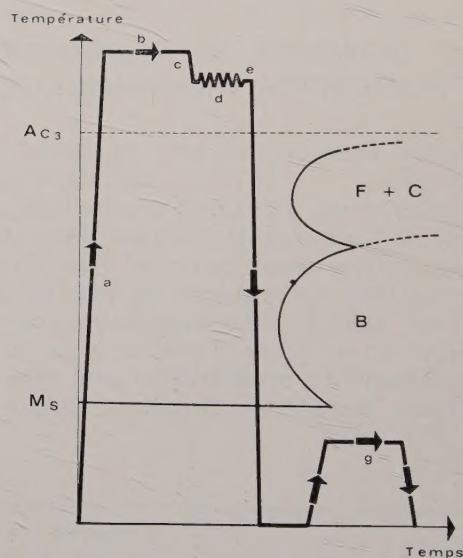


Schéma d'un cycle de T.T.M.H.T.

FIG. 1

Situation d'un cycle de T.T.M.H.T. (M) par rapport aux courbes T.T.T. d'un acier autotrempant.

* Pour une classification plus générale, comprenant les T.T.M. pour lesquels la déformation plastique a lieu pendant la transformation allotropique, voir les références bibliographiques 5, 10, 17, 21, 22, 23 et 24.

* Dans tout autre cas, il faut préciser le programme de déformation spécifié par les lois déformation-temps et température-temps.

— La température du revenu.

— La durée du revenu.

Ce nombre élevé de paramètres est à l'origine de l'extrême diversité des conditions expérimentales possibles. Ceci rend difficilement comparables entre eux les différents travaux publiés. Dans certains cas, on manque même d'information sur la valeur précise de plusieurs d'entre eux. De plus, les études systématiques de l'influence séparée de chacun de ces paramètres sont presque inexistantes.

On dispose néanmoins d'un certain nombre de revues bibliographiques ^{1, 10, 20, 21, 22, 23, 24} permettant de se rendre compte de l'ensemble des résultats déjà obtenus.

1.3. — APERÇU DES TRAVAUX DÉJÀ RÉALISÉS DANS CE DOMAINE

1.3.1. - Action des T.T.M.H.T. sur les propriétés mécaniques des aciers

Les aciers pour lesquels on trouve la bibliographie la plus abondante sont les aciers pour rails, ressorts, tubes et outils. Ce sont des aciers dont le traitement thermique classique est celui de trempe et revenu.

Parmi les aciers soumis aux différents T.T.M.H.T. on peut distinguer deux types :

— Type *a*) : aciers non (ou faiblement) alliés au Cr-Si ³, au Cr-Mn avec B ⁴ et analogues.

— Type *b*) : aciers à bas ou moyen carbone, au chrome-nickel, avec additions de Nb, Mo, V ^{5, 6, 7}.

Les aciers du deuxième type présentent un durcissement structural dû à la précipitation de carbures d'éléments d'alliage pendant le revenu.

Il faut noter que la presque totalité des résultats publiés sont relatifs aux aciers ayant subi un T.T.M.H.T. suivi de revenu.

Pour les aciers du type *a*) on constate en général, après T.T.M.H.T., une réponse au revenu qui peut être caractérisée ainsi :

— Pour un revenu identique les aciers ayant subi un T.T.M.H.T. présentent un ni-

veau de caractéristiques de résistance (limite d'élasticité, charge de rupture) supérieur à celui atteint par traitement thermique ordinaire. La striction et l'allongement sont aussi plus forts. Les améliorations ont tendance à disparaître pour les revenus effectués aux températures trop élevées ^{8, 9, 10}.

— A résistance égale, la ductilité est meilleure ^{11, 12, 13}.

— Disparition ou atténuation de la fragilité de revenu et grande diminution de la température de transition ductile-fragile ³. Ceci a été observé aussi après T.T.M.B.T. ¹⁴, bien que d'une façon moins marquée.

Il faut remarquer aussi la grande résistance à la fatigue des aciers du type *a*) traités par T.T.H.M.T., suivi de revenu ⁴.

Les aciers du type *b*) ont été traités par « ausforming » (T.T.M.B.T.) dans la plupart des cas; surtout lorsque l'existence d'une grande « baie » dans leur diagramme T.T.T. permet de déformer facilement l'austénite métastable ^{14, 15, 16, 17}, avant que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ ait lieu. Néanmoins quelques aciers de ce type ont été soumis à différents T.T.M.H.T. avec des résultats qui dépendent fortement de la teneur en éléments carburigènes, de la température et du taux de déformation réalisé.

Après ausforming, ces aciers présentent, en général, un durcissement secondaire très peu marqué ¹⁵ : ils restent toujours supérieurs en dureté au traitement de trempe et revenu, à revenu égal.

Après T.T.M.H.T., on observe, soit une augmentation moins nette de la résistance qu'après T.T.M.B.T. ¹⁸, avec une ductilité meilleure ¹⁹, soit, dans certains cas, une détérioration très sensible des propriétés de résistance; c'est, par exemple, le cas d'un acier à 13 % de chrome ⁷ déformé à 960 °C et 860 °C. Un acier au Cr-Ni ⁷ présente un durcissement structural après déformation à 940 °C et un adoucissement continu entre 400 °C et 600 °C (température de revenu) après déformation à 840 °C ou à 890 °C.

1.3.2. - Action des T.T.M.H.T. sur la microstructure des aciers

La plupart des travaux ayant permis la mise en évidence de ces améliorations ont été réalisés par des chercheurs soviétiques et des pays de l'Europe de l'Est. Ces travaux ont été conduits, en général, dans une optique très

« technologique ». C'est ainsi que la presque totalité de l'effort réalisé a visé l'obtention de résultats pratiques tels que l'amélioration des propriétés du produit et la mise au point des techniques de production.

Ainsi, bien que certains T.T.M. soient déjà réalisés à l'échelle pilote, les phénomènes métallurgiques mis en jeu dans l'acier pendant la mise en œuvre du procédé sont, à ce jour, loin d'être bien connus. Le manque de connaissance de caractère général concernant l'action du T.T.M.H.T. sur l'acier, provient de la diversité des conditions expérimentales. Pour se rendre compte de cette diversité, il suffit de regarder la multiplicité des nuances d'acier étudiées, la diversité des modes de déformation employés et l'éventail des cycles thermomécaniques possibles (cf. § 1.2).

Cependant, malgré cette diversité et la difficulté qu'il y a à comparer les différents résultats publiés, il semble acquis que le T.T.M.H.T. agit sur la microstructure du produit final obtenu. Pour exprimer ce fait, on a parlé « d'hérédité ». Ce terme, il faut le comprendre dans le sens suivant : « La phase produite lors de la transformation allotropique (martensite) possède une microstructure et des propriétés mécaniques qui dépendent très fortement de l'état de l'austénite au moment de la trempe. »

De plus, les effets de cette « hérédité » sont sensibles, même après revenu.

Ceci dit, pour mieux saisir les effets du T.T.M.H.T., il faut analyser les observations réalisées en fonction des quatre stades principaux d'un cycle de T.T.M.H.T. :

- l'homogénéisation;
- la déformation plastique;
- la transformation allotropique;
- le revenu.

Pour cela, et pour mieux faire ressortir le poids des différents résultats publiés, nous discuterons les effets observés à chaque stade du procédé. On s'occupera donc, successivement :

- de l'importance de l'état de départ (élaboration et homogénéisation de l'acier);
- de l'effet de la déformation plastique sur l'austénite;
- de la microstructure et des propriétés de la martensite;
- du revenu.

A - ETAT DE DEPART (avant déformation).

La plupart des cycles de T.T.M.H.T. ont été réalisés sur des aciers provenant de coulées industrielles. Les quelques études faites sur coulées de laboratoire (haute pureté) montrent que l'amélioration des propriétés obtenue par T.T.M.H.T. pour une nuance donnée est plus grande pour les coulées de pureté élevée (teneur en phosphore et en soufre inférieures à 0,004 %).

Il est évident que la réalisation d'un taux élevé de déformation à grande vitesse exige une bonne forgeabilité de l'acier. Ainsi donc, il n'est guère surprenant que tous les auteurs soient d'accord pour préconiser une bonne mise en solution et l'absence d'une seconde phase ou d'inclusions nuisibles dans l'austénite. Les températures de déformation sont alors choisies dans un intervalle de températures compris entre $Ac_3 + 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $Ac_3 + 150\text{ }^{\circ}\text{C}$, mais avec homogénéisation préalable à une température plus élevée ($1\ 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$).

B - EFFET DE LA DEFORMATION PLASTIQUE SUR L'AUSTENITE.

D'après sa définition (cf. § 1.1) et sa caractérisation (cf. § 1.2) la déformation plastique appliquée à l'acier pendant le T.T.M.H.T. peut être réalisée soit par laminage, forgeage, filage, etc., soit par traction, compression ou torsion. Les caractéristiques communes aux divers procédés industriels sont :

- la quantité totale importante de déformation appliquée (en une ou plusieurs « passes »);
- la vitesse de déformation assez élevée, pouvant aller de 10 s^{-1} à 500 s^{-1} .

Dans ces conditions de déformation, on a fait souvent état de l'obtention de structures totalement ou partiellement recristallisées (affinage du grain par rapport au grain initial).

Pendant un certain temps la plupart des auteurs semblaient ignorer l'existence de la recristallisation dynamique*, ou supposaient que la recristallisation de l'austénite déformée se développait uniquement dès l'arrêt de la déformation et progressait jusqu'au refroidis-

* Recristallisation ayant lieu *pendant* la déformation plastique à haute température (voir plus loin).

sement de l'acier aux températures inférieures à la température de recristallisation.

On pensait donc que cette recristallisation dépendait étroitement du taux et de la vitesse de déformation, de la température de travail et de la loi de refroidissement. On raisonnait de la façon suivante : plus haute est la température de travail (ou plus forte et plus rapide a été la déformation), plus on risque d'avoir une matrice complètement recristallisée après refroidissement. Alors on a essayé « d'enrayer » cette recristallisation en diminuant la température de travail, le taux de déformation et le temps écoulé entre la fin de la déformation et la trempe, tout ceci afin d'éviter une recristallisation trop poussée de l'austénite, considérée comme nuisible²⁵ du point de vue de l'efficacité du T.T.M.H.T. sur les propriétés du produit obtenu.

Ces premiers travaux prouvent assez bien l'effet nuisible d'une recristallisation trop poussée de l'austénite pendant le T.T.M.H.T. Par contre, l'évidence expérimentale des conditions requises pour cette recristallisation était très incomplète.

Dès 1960, il a été prouvé^{27, 2} que l'austénite pouvait recristalliser, soit pendant la déformation à chaud (recristallisation dynamique), soit pendant le temps écoulé entre la fin de la déformation et le refroidissement (recristallisation statique).

Pour la plupart des aciers et lors de la déformation plastique à haute température dans le domaine austénitique (stable), on peut décrire ainsi le processus de la recristallisation dynamique²⁶.

A partir du moment où la quantité de déformation, effectuée en une seule « passe » (d'un seul coup) atteint un certain taux critique, on assiste à une recristallisation* qui se propage à partir des anciens joints de grain perturbés par la déformation (grains en « dents de scie » décrits déjà par Sokolov¹⁰). Ce taux critique de déformation est fonction de la vitesse et de la température de déformation, ainsi que de « l'histoire thermique et mécanique »** de l'acier en question.

Cette recristallisation dynamique de l'austénite se poursuit jusqu'à l'établissement d'un équilibre consolidation-recristallisation pour les grandes déformations réalisées en une seule fois à vitesse et température de déformation constantes^{2, 27}.

Cet état de régime pour lequel l'équilibre consolidation-recristallisation est atteint est

caractérisé par un grain γ beaucoup plus petit, en général***, que celui d'avant déformation, mais indépendant de la taille de celui-ci et fonction seulement de la température et de la vitesse de déformation : on constate que ce grain « de régime » est d'autant plus petit que la température est basse (ou la vitesse de déformation élevée).

L'existence de cette recristallisation dynamique de l'austénite a été un sujet de controverse pendant longtemps, car il est difficile de la mettre en évidence d'une façon nette par de simples observations métallographiques. Pour saisir cette difficulté, il suffit de se rappeler que ces observations ne sont possibles que sur des produits trempés. D'autre part, il faut tenir compte du fait qu'il existe l'autre type de recristallisation (statique), susceptible de se produire dès l'arrêt de la déformation.

Ce sont, en général, les essais de torsion^{2, 27} à chaud suivis de trempe (avec ou sans délai) qui ont permis d'observer séparément ces deux types de recristallisation.

L'état structural de l'austénite au moment de la transformation $\gamma - \alpha$ est le résultat de la compétition des processus de consolidation (écrouissage par déformation plastique) et de recristallisation. Or, nous l'avons déjà fait remarquer, cet état structural n'est pas accessible à l'observation métallographique directe. Néanmoins avec des réactifs d'attaque micrographique convenables⁵² on arrive à mettre en évidence les anciens joints de grains austénitiques, dans la structure martensitique.

C'est ainsi que l'on a pu observer depuis longtemps l'aspect en « dents de scie » (Sokolov¹⁰) des joints de grain γ dans les aciers ayant subi certains T.T.M.H.T. Ceci dit, dans la plupart des travaux, on fait état de l'obtention de grains γ beaucoup plus petits que ceux obtenus par trempe simple à partir de la même température d'austénitisation.

Il est évident, maintenant, que le premier type de structure est obtenu à la suite des

* Croissance de nouveaux grains dans l'austénite.

** Autrement dit, de la structure de départ et du programme des « passes » déjà réalisées.

*** Ceci n'est exact que dans les conditions courantes du T.T.M.H.T. :
température de déformation $\approx A_{c_3} + 150^\circ\text{C}$;
vitesse de déformation $\approx 5\text{ s}^{-1}$.

T.T.M.H.T. comportant un taux de déformation et un refroidissement rapide, tels que la recristallisation (statique et/ ou dynamique) n'ait pas eu lieu. Les grains allongés avec les joints en « dents de scie » sont les grains perturbés par la déformation dans l'austénite non recristallisée. L'affinement du grain rapporté ailleurs doit être relié à un des deux processus de recristallisation décrits.

Dans ce dernier cas, il nous est difficile de dire, dans la plupart des travaux, quelle est la part jouée par la recristallisation dynamique et celle jouée par la recristallisation statique. Il en est ainsi, car la plupart des déformations importantes réalisées l'ont été en plusieurs « passes » et les deux modes de recristallisation peuvent être intervenus successivement et plusieurs fois. De plus, les informations précises font défaut, la plupart du temps, en ce qui concerne la vitesse de déformation, la suite chronologique exacte des passes et les temps d'arrêt.

Il est donc nécessaire d'exiger un contrôle soigneux des lois température-déformation-temps si l'on veut suivre l'évolution de la structure de l'austénite pendant (et après) la déformation. Pour arriver à la pratique aisée de ce contrôle des paramètres du T.T.M.H.T. inhérents au formage à chaud, il faut que le mode de déformation permette la réalisation et l'enregistrement des programmes précis déformation-température-temps imposés à l'acier. Or, les essais réalisés à l'échelle du « grand » et du « demi-grand » (laminage, forgeage) sont peu aptes à fournir ces renseignements*. Néanmoins on ne trouve pratiquement dans la littérature que des essais de ce type.

Ainsi donc, c'est à cause du mode de déformation employé que les auteurs de ces travaux nous donnent si peu de précisions sur les contraintes et les vitesses mises en jeu. On comprend bien, dès lors, pourquoi ils n'ont pu, dans la plupart des cas, tirer qu'un nombre minimal de renseignements sur l'état de l'austénite au moment de la trempe (austénite recristallisée ou non). Nous retrouvons là un des inconvénients majeurs des recherches purement « technologiques », car on ne peut tirer de ce type de recherches que des renseignements très limités en ce qui concerne la compréhension des phénomènes mis en jeu.

* Sauf, peut-être, dans le cas d'un laminoir de laboratoire équipé d'un nombre suffisant d'instruments de mesure.

C - PARTICULARITES DES MARTENSITES PROVENANT DES T.T.M.H.T. ET LES PROBLEMES POSES PAR LEUR OBSERVATION.

Depuis longtemps, certains travaux avaient fait état d'un « affinage » de la structure martensitique à la suite de certains T.T.M.H.T. Cet « affinage » était essentiellement celui visible au microscope optique.

Il est vrai que, lors d'un premier travail, Schmatz²⁸ avait montré qu'avec un taux croissant de déformation de l'austénite métastable (T.T.M.B.T.), on obtenait, après transformation, des plaquettes de martensite de plus en plus petites et, en même temps, une augmentation des caractéristiques mécaniques de résistance. Cette explication apparaissait comme très valable d'après la relation de Pech entre la limite d'élasticité et la taille de grain d'un agrégat polycristallin :

$$\sigma_E = \sigma_0 + K d^{-1/2}$$

où : σ_E = limite d'élasticité;

d = taille moyenne du grain;

σ_0 et K = constantes du matériau.

Ce même point de vue a été soutenu, pour expliquer l'effet du T.T.M.H.T. par Guljaev²⁹ en URSS, Sassu³⁰ en Roumanie, et Grange et Mitchell³¹ aux USA.

Néanmoins Kogan et Entin³² ont montré que pour un acier au carbone, à taille de grain égale, la martensite obtenue par T.T.M.H.T. avait une résistance mécanique supérieure (de 20 % approximativement) à celle obtenue par traitement thermique conventionnel (trempe). Presque en même temps, Zackay et Justusson³³ ont montré que la résistance mécanique de la martensite obtenue par T.T.M.H.T. dépendait beaucoup plus étroitement du taux de déformation subi par l'austénite stable que de la taille de grain obtenue, et ceci pour deux températures d'austénitisation différentes.

Ce sont là les premiers exemples où l'on voit l'influence de « l'histoire thermique et mécanique » de l'acier, à microstructure comparable (à l'échelle du microscope optique) sur les propriétés mécaniques.

Ceci dit, on voit la difficulté qui existait pour comprendre les effets du T.T.M.H.T. sur la microstructure et les propriétés des aciers :

— d'un côté, on ignorait en grande partie les mécanismes de la déformation plastique à haute température (cf. § précédent);

— de l'autre, on était parti sur une voie fautive dès le départ : l'analyse en termes de taille de grain. Car on voit³² qu'il est plutôt question de « fixer » la consolidation de l'austénite³³ par un choix judicieux du cycle de déformation à haute température, suivi d'un refroidissement rapide*.

Dans un travail récent³³, nous avons eu l'occasion de mettre en évidence le rôle du taux de déformation (à vitesse et température constantes) sur la taille de grain γ et α , ainsi que sur la limite d'élasticité de la martensite pour un acier de nuance 30 NC 11 (C : 0,3 % ; Ni : 3 % ; Cr : 0,66 %).

Nous avons montré** que la limite d'élasticité de la martensite était en liaison très étroite avec l'état de consolidation de l'austénite au moment de la trempe : le gain le plus marqué en limite d'élasticité était obtenu pour la martensite provenant (par trempe) d'une austénite consolidée au maximum (sans recristallisation dynamique, ni statique), pour des conditions de vitesse et température de déformation déterminées.

C'est ainsi que l'on a pu montrer que la recristallisation dynamique joue un grand rôle sur la microstructure et les propriétés de la martensite à l'état trempé, et que ces changements de microstructure ont une influence très nette sur le processus de précipitation de revenu⁴¹ et sur les propriétés mécaniques du produit final obtenu.

Ces phénomènes avaient déjà été un peu étudiés à l'occasion de travaux sur des nuances d'acier similaires^{12, 25, 29}. Néanmoins l'influence de la déformation plastique de l'austénite sur la structure et les propriétés de la martensite n'était expliquée que d'une façon très incomplète et même souvent contradictoire avec d'autres résultats***.

Une fois qu'il avait été prouvé que l'amélioration des propriétés mécaniques apportée par le T.T.M.H.T. n'était pas uniquement liée à la taille de grain obtenue, on s'était efforcé

de trouver les particularités, autres que la taille de grain, inhérentes aux martensites formées par T.T.M.H.T. On suggérait que :

— soit la densité et la distribution des dislocations était modifiée^{35, 36};

— soit le carbone contribuait à une précipitation dans l'austénite qui était « héritée » par la martensite¹²;

— soit la densité de micromaillage était plus élevée^{37, 38, 39};

— soit encore, une combinaison complexe des processus énoncés avait lieu⁴⁰.

Pour bien saisir l'origine de ces contradictions dans l'explication d'un processus si compliqué (déformation-recristallisation-trempe-revenu), il faut rappeler que les différentes méthodes d'observation de la martensite ne sont pas, en général, strictement comparables en ce qui concerne les résultats des observations, voire des mesures.

On doit tenir compte du fait suivant : il existe deux types de méthodes d'observation ; les unes sont globales (rayons X, frottement interne, technique Mössbauer, propriétés mécaniques), les autres sont locales (microscopie électronique par transmission, essentiellement).

Les méthodes du premier type se caractérisent par le fait de fournir des mesures exigeant des calculs de dépouillement et d'interprétation selon un modèle mathématique de description de l'interaction du système de mesure avec l'objet exploré.

Par contre, la microscopie électronique en transmission fournit une description (qualitative) locale de la morphologie des phases présentes (image électronique) et de leur structure cristalline (diffraction des électrons), cette description étant toutefois limitée par la résolution du microscope et par les conditions de contraste inhérentes à la lame et au mode d'observation (fond clair, fond noir).

Les méthodes globales telles que l'observation par rayons X ont été constamment perfectionnées, tant en ce qui concerne l'appareillage proprement dit qu'en ce qui concerne les modèles mathématiques de description. C'est ainsi, par exemple, que les méthodes d'analyse du profil des raies enregistrées* ont

* Le « laminage contrôlé » « Control Rolling » serait à analyser d'une façon légèrement différente, tout en étant lui aussi un T.T.M.H.T. (voir tableau I).

** Ces résultats sont exposés en détail au chapitre III et complétés par d'autres résultats non publiés.

*** Que l'on trouvera exposés en détail dans la revue bibliographique réalisée par V. S. INVANOVA et L. K. GORDIENKO¹⁰.

* Voir l'annexe B.

permis d'obtenir beaucoup plus de renseignements que la simple mesure des largeurs intégrales des profils, ou même que les méthodes de décomposition graphique des doublets (110) et (112) * de la martensite.

Les méthodes d'observation locale posent un autre type de problèmes, relatifs en grande partie à la représentativité de la plage explorée : problèmes d'échantillonnage et d'appréciation subjective du microscopiste **.

D - REVENU APRES T.T.M.H.T.

La plupart des résultats publiés sont relatifs aux martensites ayant subi un cycle de T.T.M.H.T. suivi de revenu.

Dès lors, pour saisir le sens des interprétations proposées, il faut tenir compte du fait que, à l'altération de la structure martensitique, peut s'ajouter une modification de la cinétique de revenu.

Les études dilatométriques rapportées dans la littérature font ressortir un retard de la précipitation de revenu à la suite des T.T.M.H.T. : la contraction dilatométrique pendant le premier stade de revenu (100 °C-250 °C) est inférieure à celle observée après trempe conventionnelle. D'après certains travaux récents ⁴³, il semble que la quantité de déformation à chaud peut être reliée aux retards observés pour la précipitation de revenu. Néanmoins, il faudrait préciser l'état de recristallisation de l'austénite et non seulement un taux croissant de déformation dans des conditions non spécifiées.

Les observations par microscopie électronique ^{41, 42} montrent que la taille et la répartition des précipités de revenu changent à la suite des différents T.T.M.H.T. On relie à chaque fois les augmentations de la résistance

mécanique à une meilleure dispersion des carbures de revenu ^{33, 42, 22}.

Pour expliquer le comportement au revenu des aciers ayant subi un T.T.M.H.T. on propose divers « mécanismes » : certains auteurs ⁵³ pensent que le carbone est très lié aux dislocations, d'autres expliquent le retard à la précipitation de revenu par une sorte de précipitation ou ségrégation du carbone qui a eu lieu dans l'austénite déformée ¹², ce qui, à leur avis, expliquerait la formation d'une martensite moins tétragonale ^{12, 40}.

1.4. — BUT DE CETTE ÉTUDE

Au départ (octobre 1967) notre but a été l'étude des conditions d'application du T.T.M.H.T. à certains aciers de fabrication française, trempants, à moyenne teneur en carbone, alliés ou faiblement alliés, l'un d'entre eux (nuance Z 30 C 13) ayant déjà fait l'objet d'études sur l'austéniformage (T.T.M.B.T.) au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris ¹⁵.

Pour la conduite des travaux, on disposait de l'expérience acquise à l'IRSID par MM. Blain, Fazan et Rossard sur les problèmes relatifs au comportement mécanique et métallurgique des aciers pendant le formage à chaud. Dans le cadre de ces recherches MM. Rossard et Blain avaient réussi à mettre au point dès 1957 ⁴⁵ un appareillage simple de torsion qui leur avait permis de déceler, puis d'analyser, les phénomènes métallurgiques ayant lieu pendant la déformation plastique à haute température des aciers. Depuis cette époque, cet appareillage a été constamment amélioré et automatisé ⁴⁶.

On avait donc des outils de choix pour réaliser les cycles de T.T.M.H.T., avec un contrôle rigoureux des paramètres caractéristiques de T.T.M.H.T., inhérents à la déformation plastique à haute température (cf. § 1.2); tout en ayant la possibilité de les faire varier entre des limites très larges (cf. § 2.3).

C'est ainsi que les essais ont pu être conduits avec une certaine connaissance du processus de la déformation à chaud. Ceci nous a permis d'envisager la poursuite de certains buts précis :

— Etude de l'influence des différents paramètres du cycle de T.T.M.H.T. sur l'efficacité

* En ce qui concerne l'analyse des profils des raies, il faut se rendre compte que trop souvent les raisonnements faits sur le modèle mathématique de description peuvent conduire à des interprétations qui ne découlent qu'indirectement des faits expérimentaux observés. Pour éviter cela, il faut que les diverses étapes du calcul sur modèle soient susceptibles de vérification expérimentale. Si l'on procède autrement on aura certainement construit un modèle, mais on n'aura pas compris le phénomène réel dans toute sa complexité.

** Autrement dit, les résultats des observations dépendent de son habileté et de la complexité des schémas d'interprétation du problème qu'il essaye de tester.

de celui-ci, le but final étant la caractérisation des cycles de T.T.M.H.T. optimaux.

— Etude des structures martensitiques obtenues par T.T.M.H.T. et comparaison avec celles obtenues par traitement thermique (trempe), ceci afin de déceler les mécanismes d'héritage (cf. § 1.3) mis en jeu et de mieux comprendre l'origine de l'amélioration des

propriétés mécaniques apportée par le T.T.M.H.T.

Ce faisant, nous avons cherché à mettre en évidence les effets de la consolidation et de la recristallisation de l'austénite sur la structure et les propriétés de la martensite obtenue à partir d'une austénite déformée.

CHAPITRE II

Moyens mis en œuvre et conditions de réalisation des essais

2.1. — INTRODUCTION

Pour l'étude du T.T.M.H.T. on a utilisé plusieurs sortes d'appareillages :

— d'une part, la machine de torsion⁴⁶ permettant la réalisation des cycles de T.T.M.H.T. et la mesure des propriétés mécaniques;

— d'autre part, les appareils d'observation métallographique (microscopes optique et électronique) et radiocristallographique;

— finalement, ceux qui nous permettent l'observation des cinétiques de transformation (dilatomètres).

Dans ce chapitre, nous décrivons sommairement les appareils utilisés et leur fonction spécifique dans le cadre de notre étude. Au préalable, nous exposons quelques rappels de la théorie de la plasticité afin de bien faire ressortir l'intérêt de la simulation (cf. § 2.2 et 2.3) par torsion. Les développements mathématiques concernant ces questions ont été mis en annexe (cf. annexe A).

On spécifie aussi les caractéristiques des deux aciers étudiés et les cycles de T.T.M.H.T. qu'ils ont subis.

2.2. — PRINCIPE D'ÉQUIVALENCE DANS LA THÉORIE DU FORMAGE A CHAUD

Les notions de contraintes généralisée σ^* , et de déformation généralisée ε^* (cf. annexe A) trouvent tout leur intérêt dans le principe

d'équivalence que l'on peut énoncer de la manière suivante :

Si l'on considère deux déformations — au sens général du terme — effectuées sur le même métal et suivant les mêmes lois déformation-temps et température-temps :

$$\varepsilon^* = f(t)$$

$$T = g(t)$$

le métal se trouve dans les deux cas, à chaque instant, dans un état équivalent du point de vue de son comportement mécanique et la contrainte généralisée prend, à chaque instant, la même valeur dans les deux cas.

Il faut bien retenir que les deux déformations envisagées ne sont pas, en général, homogènes si bien que ε^* et σ^* varient à un instant donné avec la particule du métal considérée. Par conséquent, l'équivalence est établie entre une particule donnée dans une des déformations et une particule donnée dans l'autre.

L'application du principe d'équivalence suppose également que l'on connaisse, par exemple expérimentalement, l'écoulement de la matière dans les deux déformations, car pour réaliser la condition $\varepsilon^* = f(t)$ il faut pouvoir déterminer à chaque instant la déformation généralisée.

L'intérêt du principe est le suivant : si deux éléments de métal de même composition chimique sont soumis en fonction du temps à la même loi de variation de la déformation et de la température, ils se trouveront finalement dans le même état, qu'ils fassent partie, l'un,

par exemple, d'une lourde brame transformée en bande sur un train continu à chaud, l'autre d'une très petite éprouvette déformée sur une machine de laboratoire. Il était à peine nécessaire d'en faire la preuve, néanmoins c'est ce qui a été fait à de nombreuses reprises à l'IRSID ^{46, 48}.

2.3. — ESSAI DE TORSION A CHAUD

Ce type d'essai a été très utilisé ^{2, 26, 27, 48} pour l'étude de la déformation plastique à chaud des aciers ²⁷ et d'autres matériaux ^{2, 48}. Il présente l'avantage de pouvoir fournir des déformations très importantes sans modification des dimensions de l'éprouvette lorsque ses têtes sont bloquées en translation. On sait que, pour une éprouvette cylindrique de longueur L et de rayon R un angle de torsion α produit (sur la couche périphérique) une déformation $\frac{R}{L} \alpha$; la vitesse de déformation est $\frac{R}{L} \frac{d\alpha}{dt}$. La réalisation d'une déformation à vitesse rationnelle constante s'effectue simplement par la rotation d'une tête de l'éprouvette à vitesse constante. Pour les hautes températures et les déformations importantes, l'utilisation d'éprouvettes tubulaires à parois minces est assez délicate et on utilise généralement des éprouvettes pleines. Ceci complique évidemment le calcul des contraintes, car la déformation et la vitesse de déformation varient de zéro au centre de l'éprouvette ($r = 0$) à leur valeur maximale à la périphérie.

C'est à la périphérie que l'on évalue, en général, les divers paramètres et que l'on établit les équivalences entre déformations, vitesses de déformation et contraintes dans cet essai et, par exemple, dans un essai de traction ²⁷. Il existe une relation ^{45, 49} dans laquelle intervient notamment des coefficients traduisant l'influence sur le couple de la vitesse et de la déformation, qui permet de calculer la contrainte à la surface de l'éprouvette en fonction du couple de torsion (cf. annexe A).

2.3.1. - Equivalence torsion-laminage

Supposons que l'on prenne l'essai de torsion comme essai de référence pour déterminer la valeur de la contrainte de déformation plane, dans le cas du laminage sans élargissement (assimilé à un cas de compression homogène) : on prend comme paramètre fixant l'amplitude de la déformation, l'angle de torsion par unite de longueur α_u , d'une part, et l'épaisseur y

de la barre au point considéré dans le cas du laminage. Si H et h sont respectivement l'épaisseur initiale et l'épaisseur finale, la réduction au point d'épaisseur y est :

$$\rho = \frac{H - y}{H}$$

ρ varie de zéro dans le plan d'entrée à $(H - h)/H$ dans le plan de sortie. Si on introduit le nombre de tours de rotation $N = \alpha/2\pi$ on aura (cf. annexe A) la correspondance suivante entre le nombre de tours de torsion et la réduction d'épaisseur ρ , pour $R = 3$ mm et $L = 50$ mm (fig. 2) :

N :	1	2	3	4
ρ :	17 %	31 %	43 %	53 %

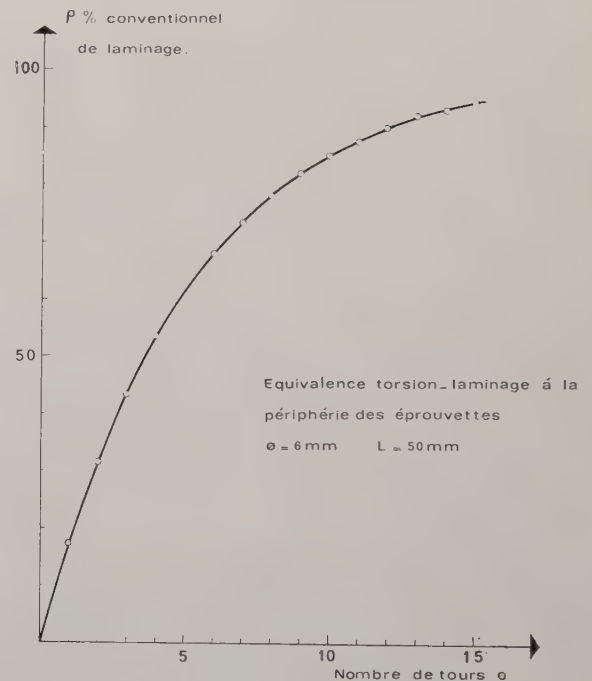


FIG. 2

Relation entre la déformation rationnelle par torsion et la déformation conventionnelle par laminage d'après un principe d'équivalence.

2.3.2. - Description de l'appareillage ⁴⁶

Cet appareillage (fig. 3) est destiné à faire subir à une éprouvette, dont la température varie suivant un programme bien déterminé, une succession de déformations par torsion, à grande vitesse, séparées par des intervalles de temps définis.

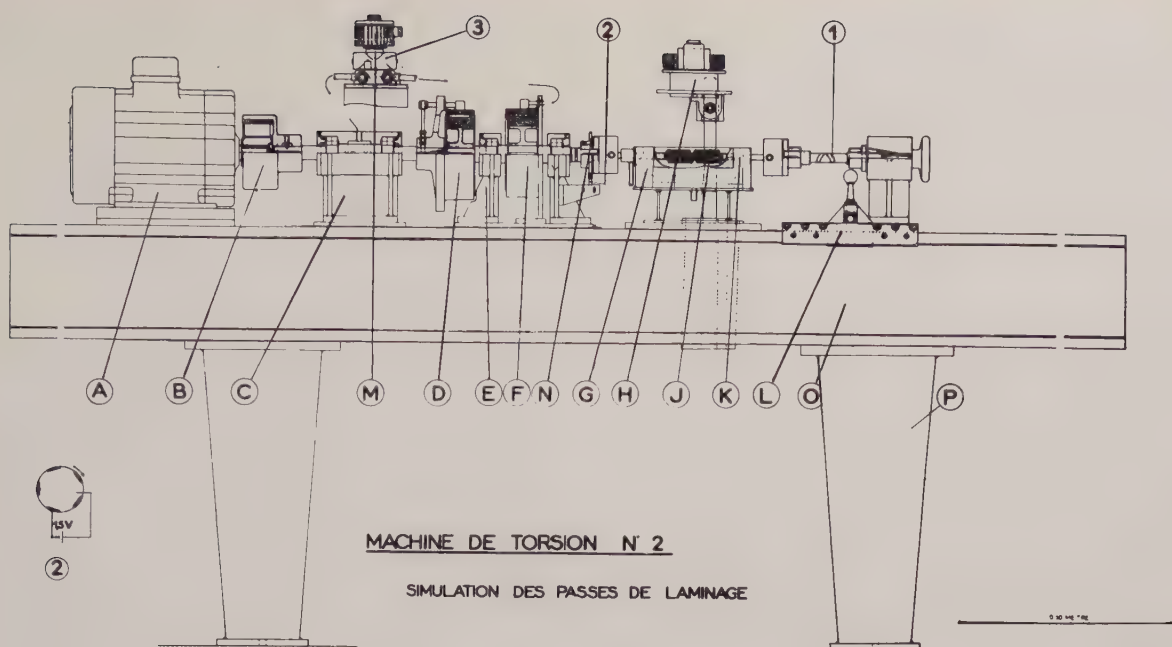


FIG. 3

Schéma de la machine de torsion

- | | |
|-------------------------------|------------------------------|
| A - Moteur. | H - Pyromètre. |
| B - Embrayage. | J - Enroulement de chauffage |
| C - Palier. | par induction. |
| D - Embrayage à air comprimé. | K - Eprouvette. |
| E - Palier. | M - Electro-vanne. |
| F - Frein. | N - Compte-tours. |
| G - Bac. | O-P Bane rigide. |

Les différents organes de la machine sont montés sur un banc très rigide. La longueur du banc a été prévue pour pouvoir ajouter un réducteur de vitesse. En fait, la machine a été équipée d'un variateur hydraulique de vitesse et d'un réducteur, ce qui permet d'effectuer des essais à des vitesses comprises entre 0,5 et 1 000 tours par minute.

— ENSEMBLE MOTEUR.

Le moteur asynchrone (A), tournant à 1 000 tr/mn environ, a une puissance de 5,5 ch. Un embrayage (B) agissant par l'effet de la force centrifuge permet un démarrage plus souple de l'ensemble moteur qui provoquera la déformation de l'éprouvette en temps voulu. Cet ensemble, fonctionnant en permanence au cours d'un essai, se complète par un palier (C) et la partie extérieure de l'embrayage à air comprimé (D). Cette partie menante comporte une chambre à air qui, sous l'action de l'air comprimé à 5,5 kg/cm², assure l'adhérence avec la partie centrale menée. L'admission d'air se fait à la partie su-

périeure du palier (C) et par l'intermédiaire de l'arbre creux supporté par ce palier. Lorsque la pression est admise sur l'embrayage, la rotation se transmet à l'éprouvette par l'intermédiaire de l'arbre supporté par les deux paliers tels que (E) et du mandrin de serrage à trois mors. Cet arbre est solidaire d'une roue identique à la partie menée de l'embrayage et qui constitue la partie centrale du frein (F). Lorsque la pression d'air est supprimée à l'embrayage et appliquée à la chambre à air du frein solidaire d'une partie fixe, la rotation de l'arbre lié à l'éprouvette est brusquement arrêtée. Les deux roues centrales sont en alliage d'aluminium pour limiter l'inertie de l'ensemble qui doit subir des successions brutales de mises en route et d'arrêts.

— COMMANDE ET REPONSE DE L'ENSEMBLE MOTEUR.

C'est une électro-vanne à réponse rapide (M) qui dirige la pression d'air soit sur l'embrayage, soit sur le frein. Cette électro-vanne fonctionnant sous courant continu 24 V est

pilotée par un ensemble électronique assurant à des temps définis jusqu'au millième de seconde, à partir d'un temps initial, l'inversion de la commande. L'affichage des temps se fait à l'aide de contacteurs qui permettent de déterminer 24 temps, soit 12 périodes de déformation et 11 périodes de repos. La durée totale du programme peut atteindre 999,999 secondes.

Un étalonnage donnant les déformations correspondant à des impulsions à la vanne de durées déterminées a été effectué. Il existe tout d'abord un temps mort de 0,1 s, à partir de l'instant où le signal est donné à la vanne pendant lequel aucune déformation ne se produit. De même la déformation ne cesse qu'avec un certain retard par rapport à l'arrêt de l'impulsion à la vanne. L'augmentation du nombre de tours effectués avec la durée de l'impulsion n'est pas linéaire pour les faibles valeurs. La pente maximale est de l'ordre de 0,3 t pour une augmentation de la dureté d'impulsion de 0,01 s. La précision du millième de seconde sur les temps d'impulsion conduit donc à une précision suffisante pour les déformations. La durée de l'impulsion qu'il faut donner à la vanne pour obtenir une déformation donnée est indépendante du couple. On a effectué des essais préliminaires en faisant varier le couple résistant entre 0 et 56 cm. kg, gamme qui correspondait sensiblement aux essais prévus. Au démarrage, la vitesse de 1 000 tr/mn est atteinte au bout d'une déformation de l'ordre du dixième de tour. De même, on passe de la vitesse de régime à l'arrêt en moins d'un dixième de tour. Les réponses de la vanne et des organes pneumatiques sont telles que l'on peut effectuer des arrêts de la déformation ne durant pas plus qu'un temps de l'ordre du centième de seconde.

— CHAUFFAGE DE L'ÉPROUVETTE.

L'éprouvette (K) dont la partie utile a 50 mm de long et 6 mm de diamètre est chauffée par induction à l'aide de l'enroulement (J) alimenté par un générateur à haute fréquence. On peut ainsi réaliser des variations rapides de température. Le bac (G) sert de support à l'enroulement de chauffage et permet de recueillir l'eau pulvérisée qu'il est parfois nécessaire d'utiliser pour accélérer le refroidissement de l'éprouvette. Ce bac peut pivoter autour d'un axe perpendiculaire à la face supérieure du banc de la machine pour faciliter la mise en place de l'éprouvette. Celle-ci est contenue dans un tube de quartz transparent à l'intérieur duquel se fait une

circulation d'argon. La température est mesurée à l'aide d'un piromètre bicolore (H) qui vise l'éprouvette à travers le tube, dans un écartement de l'enroulement de chauffage. L'étalonnage entre 600 et 1 400 °C a été effectué avec une éprouvette creuse à l'aide d'un pyromètre à disparition de filament et d'un thermocouple⁵⁰.

— DISPOSITIF DE REFROIDISSEMENT RAPIDE DE L'ÉPROUVETTE.

Pour réaliser des trempes très rapides et sans retard après l'arrêt de la déformation, on a mis au point un système, commandé par une seconde minuterie électronique, ce qui permet d'envoyer un flux d'eau sous pression de 7 bars dans le tube de quartz contenant l'éprouvette et qui sert à réaliser la circulation d'argon pour la protection contre l'oxydation. Une avance suffisante de la commande permet à l'eau d'atteindre la partie utile de l'éprouvette au moment même où cesse une déformation. Une étude dilatométrique effectuée sur place dans les conditions mêmes des essais, a permis d'évaluer les vitesses de trempe. Ainsi on passe de 1 100 °C à 500 °C en 0,7 s; de 900 °C à 500 °C en 0,4 s; de 900 °C à 300 °C en 0,7 s.

Cette deuxième minuterie électronique permet également la réalisation d'un refroidissement avant la fin de la déformation³³.

— ENSEMBLE DE MESURE ET D'ENREGISTREMENT.

L'ensemble de la tête de mesure du couple (L) peut glisser librement le long du banc et être bloqué en position de travail. Le bras de torsion qui constitue l'organe de mesure est interchangeable. Ce sont quatre jauges de contraintes collées sur ce bras à 45 degrés des génératrices, perpendiculaires entre elles et montées en pont complet qui permettent l'enregistrement du couple. Nous disposons actuellement de deux bras de torsion de 80 mm de long et de différentes sensibilités avec des diamètres de 16 et 20 mm auxquels correspondent respectivement 3 et 1,57 micro-déformations $\left(\frac{dl}{l} 10^{-6}\right)$ par kg/cm pour le pont de mesure.

La roue (N) montée sur le porte-mandrin moteur est divisée en dix parties alternativement conductrices ou non. Une différence de potentiel de 1,5 V étant créée entre la masse et le balai en contact avec la roue, la fermeture ou l'ouverture du circuit permet l'enregistre-

ment de la déformation. Une impulsion supplémentaire permet d'apprécier le vingtième de tour.

L'enregistrement du couple et de la déformation se fait à l'aide d'inscripteurs à miroirs qui dirigent un spot sur un papier photographique à noircissement direct sous l'action même de la lumière (enregistreur photographique à inscription directe A. 0300 des Ateliers de Construction de Bagnaux). Ce papier défile à une vitesse constante pouvant aller de 1 cm/mn à 1 m/s. Au cours même du déroulement, un lignage millimétrique horizontal s'inscrit à partir d'une règle gravée, ce qui évite d'avoir à réaliser un centrage parfait du papier. De plus, une base de temps donne, par inscription d'un marquage vertical, la seconde et 10 secondes pour le déroulement aux vitesses lentes et les 1/10 et 1/100 seconde pour les déroulements aux vitesses rapides.

Le signal débité par le pyromètre bicolore s'inscrit sur le papier d'un potentiomètre enregistreur. On règle le générateur haute fréquence au cours d'un essai pour faire suivre à l'éprouvette le programme température-temps tracé à l'avance sur le papier de l'enregistreur. La synchronisation est assurée en provoquant la première déformation à l'instant choisi du programme température-temps. Les autres déformations se produisent automatiquement aux temps affichés qui sont comptés à partir de ce temps initial.

2.4. — NUANCES D'ACIERS ÉTUDIÉS CYCLES DE T.T.M.H.T. RÉALISÉS

Les aciers étudiés ont la composition pondérale suivante :

NUANCE	C	Ni	Cr	Mn	Si	S	P
30 NC 11	0,30	3,1	0,66	0,27	0,28	0,009	0,005
Z 30 C 13	0,30	—	11,7	0,38	0,54	0,004	0,012

Les principaux points de transformation sont :

30 NC 11 - $Ac_3 \approx 775^\circ\text{C}$, $M_s \approx 320^\circ\text{C}$

Z 30 C 13 - $Ac_1 \approx 830^\circ\text{C}$, $M_s \approx 220^\circ\text{C}$

Sur les figures 4 et 5, on a reproduit, à titre indicatif, les courbes TTT de deux nuances de

30 NC 11

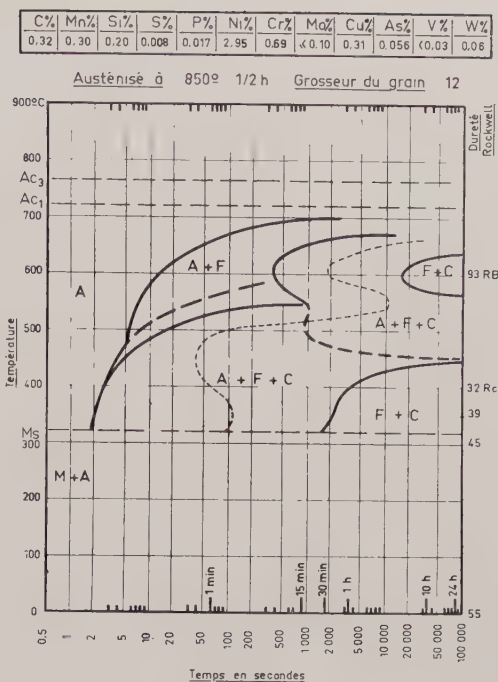


FIG. 4

norme voisine d'après l'atlas des courbes de transformation des aciers de fabrication française ⁴⁷. Pour les deux nuances choisies les conditions de traitement, déterminées par des essais préliminaires (cf. § 3.2) sont les suivantes :

POUR L'ACIER 30 NC 11 :

— chauffage : $100^\circ\text{C}/\text{mn} + 30 \text{ mn}$ à 1100°C ;

— déformation à 900°C à la vitesse de

1 000 tours/mn (soit $\dot{\epsilon} \approx 4 \text{ s}^{-1}$ pour $R = 3 \text{ mm}$ et $L = 50 \text{ mm}$);

— trempe à l'eau (avec ou sans délai à l'arrêt de la déformation);

— revenus isochrones (2 h à diverses températures) y compris dans les conditions fragilisantes : 24 h à 550°C .

POUR L'ACIER Z 30 C 13 :

chauffage : 100 °C/mn + 30 mm à 1 150 °C;

descente rapide et stabilisation à 950 °C (< 90 s);

trempe sans délai;

déformation à 950 °C à la vitesse de 1 000 tours/mn;

trempe sans délai;

revenus isochrones (2 h à diverses températures).

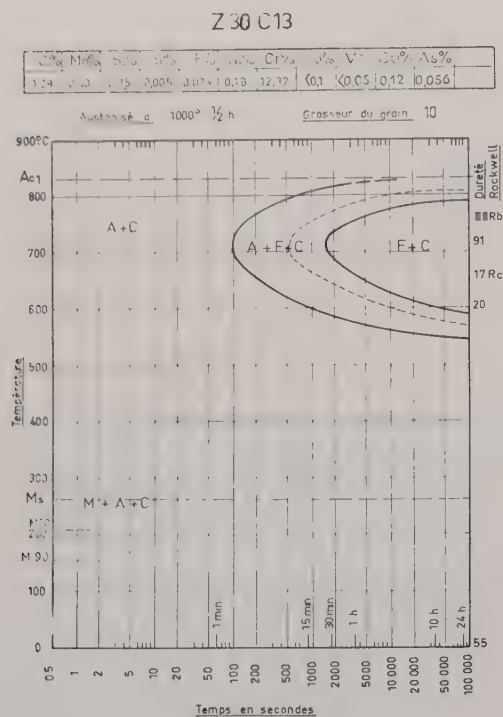


FIG. 5

Un cycle de T.T.M.H.T. est caractérisé (cf. § 1.2), dans ces conditions, par le taux de déformation, le temps de maintien, le temps et la température de revenu.

Les traitements thermiques de référence (T.T.) sont caractérisés (pour les deux nuances) par les mêmes cycles thermiques, mais sans déformation à chaud (austénitisation + trempe).

Pour nous résumer, nous dirons que l'on étudie ici l'influence du taux de déformation à vitesse et température de déformation constantes, la déformation étant suivie de trempe à l'eau, avec ou sans délai.

Pendant la déformation plastique à haute température (D.P.H.T.) on enregistre le comportement mécanique de l'austénite. A partir de la courbe couple, Γ , nombre de tours, N , on peut calculer (cf. annexe A) la contrainte subie par l'austénite à la périphérie de l'éprouvette de torsion.

2.5. — MESURE DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

On a cherché à mesurer les propriétés mécaniques résultant des structures obtenues après les différents cycles thermiques et thermomécaniques. Ces mesures ont été faites par torsion (à la température ambiante) à la vitesse de 0,5 tr/mn* et dans le même sens de rotation que la déformation à chaud⁵¹.

A partir de la courbe couple Γ - nombre de tours, N , obtenue dans ces conditions, on calcule la contrainte de cisaillement en surface τ grâce à la relation⁴⁹ :

$$\tau = \frac{1}{2 \pi R^3 \alpha_{u_i}^2} \frac{d}{d\alpha_{u_i}} (\Gamma \alpha_{u_i}^3) \quad (2.1)$$

ce qui nous permet de définir une limite d'élasticité proportionnelle pour une déformation plastique équivalente à $\varepsilon = 10^{-3}$ en traction (cf. annexe A).

La ductilité est une propriété difficile à caractériser dans l'essai de torsion à l'ambiante. Néanmoins le nombre de tours avant rupture peut être considéré comme une mesure de cette propriété. On a porté sur la figure 6 la relation existant entre le nombre de tours et l'allongement de la génératrice de l'éprouvette de torsion.

Les mesures de dureté ont été faites sur un petit plat d'environ 2 mm de largeur usiné parallèlement aux génératrices. Les empreintes de dureté sont alors localisées dans une zone comprise entre 2 et 4 dixièmes de millimètre à partir du bord.

2.6. — ESSAIS DILATOMÉTRIQUES

L'observation du revenu après T.T.M.H.T. posait un problème d'échantillonnage, vu l'hétérogénéité du matériau le long du rayon des éprouvettes de torsion.

* Equivalent à $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en traction, pour la périphérie des éprouvettes de torsion.

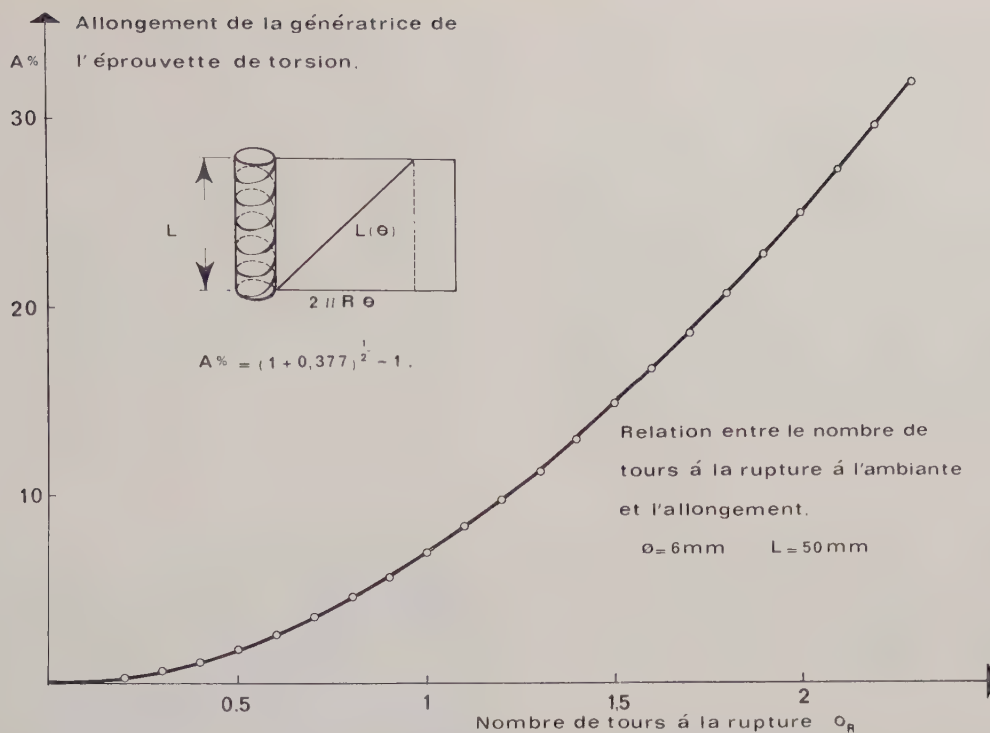


FIG. 6

Relation entre le nombre de tours de torsion et l'allongement de la génératrice de l'éprouvette de torsion.

Pour parer à cette difficulté, nous avons prélevé des éprouvettes de dilatométrie en surface et à différentes profondeurs des éprouvettes de torsion déjà traitées (à l'état trempé). Le découpage de ces éprouvettes a été fait par électro-érosion, à l'aide d'un appareil Servomet, selon le schéma de prélèvement reproduit sur la figure 7.

Ces éprouvettes ont subi, sur un dilatomètre différentiel construit à l'IRSID, les cycles de revenu suivants :

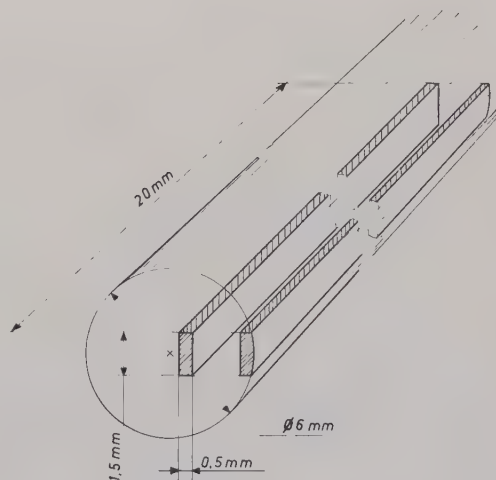
- chauffage à 150 °C/h jusqu'à 300 °C;
- maintien de 2 heures à cette température;
- refroidissement à 150 °C/h.

Les témoins utilisés avaient subi, pour les deux aciers, les T.T. de référence déjà décrits (cf. § 2.4) plus un revenu de :

- 5 h à 650 °C pour l'acier 30 NC 11;
- 5 h à 700 °C pour l'acier Z 30 C 13.

Le dilatomètre différentiel utilisé comporte une amplification optique avec enregistrement par suiveur de spot et entraînement du papier

en fonction de la température. Le coefficient d'amplification de la dilatation relative est de 3 200.



PRELEVEMENT DES EPROUVETTES DILATOMETRIQUES

FIG. 7

Schéma du prélèvement des éprouvettes dilatométriques.

Le calcul de la fraction volumique de cémentite précipitée à partir de la contraction observée est donné en annexe (cf. annexe C).

2.7. — OBSERVATIONS MÉTALLOGRAPHIQUES ET RADIOCRISTALLOGRAPHIQUES

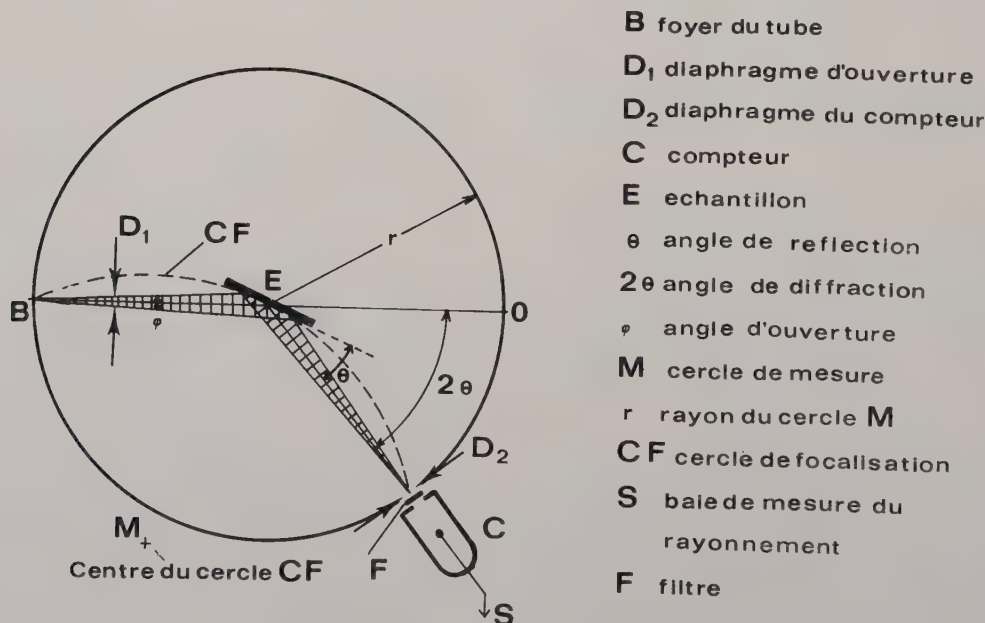
Les observations en microscopie optique et le prélèvement des répliques (directes, au carbone) ont été faits sur la zone périphérique des éprouvettes de torsion par usinage et polissage d'un petit plat.

Les lames minces ont été obtenues par découpage (électroérosion) de petits échantillons ($15 \times 1,5 \times 0,2$ mm) à la périphérie des éprouvettes de torsion. Les échantillons ont été polis ultérieurement dans un bain au butoxyéthanol + 10 % d'acide perchlorique à -5°C .

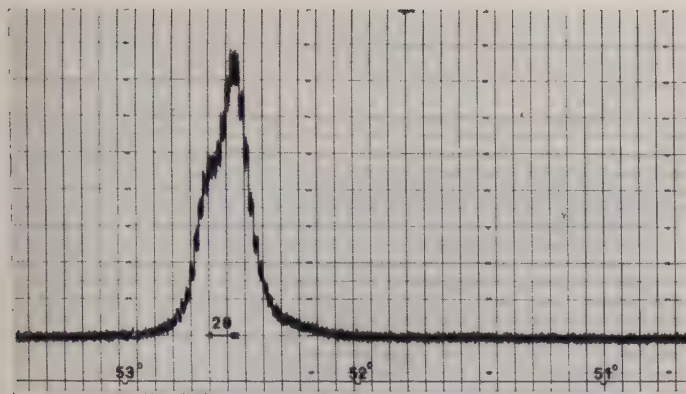
Les observations ont été faites avec un microscope Philips EM 200 muni de platine

goniométrique. La tension d'accélération des électrons était de 100 kV.

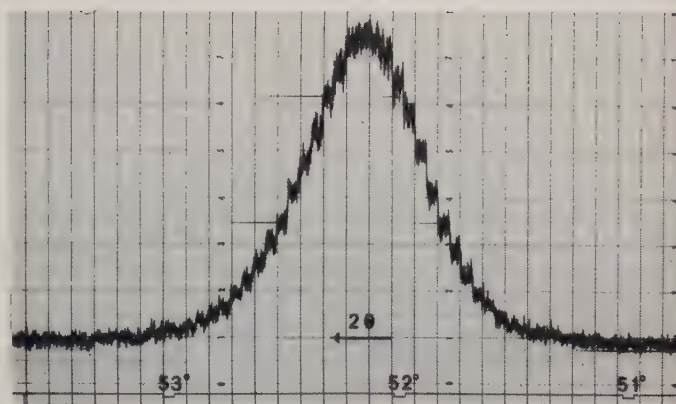
Pour les enregistrements des profils de raie de diffraction des rayons X, les échantillons déjà décrits ont été placés, après polissage électrolytique (au Disa-Electropol) dans un goniomètre à focalisation avec avance pas à pas (fig. 8). On a utilisé la radiation K_α du cobalt (avec filtre de fer). Le profil d'intensité de la raie (110) de la martensite est enregistré à l'aide d'un compteur à scintillation. Les impulsions délivrées par ce compteur sont discriminées par un sélecteur monocanal et comptées pendant des intervalles de temps présélectionnés. Les résultats sont recueillis par une machine imprimante, puis transcrits sur cartes perforées. Les calculs de dépouillement sont faits à l'aide d'un ordinateur (cf. annexe B). Pendant le déroulement de la mesure, le profil de la raie est enregistré graphiquement pour contrôler la bonne marche du dispositif de diffraction (voir figure 9). La mesure a été effectuée dans tous les cas sur une dizaine de degrés en 2θ . Seule une partie de cet enregistrement est conservée pour les calculs (cf. annexe B); le profil se trouve alors décrit par environ 130 points.



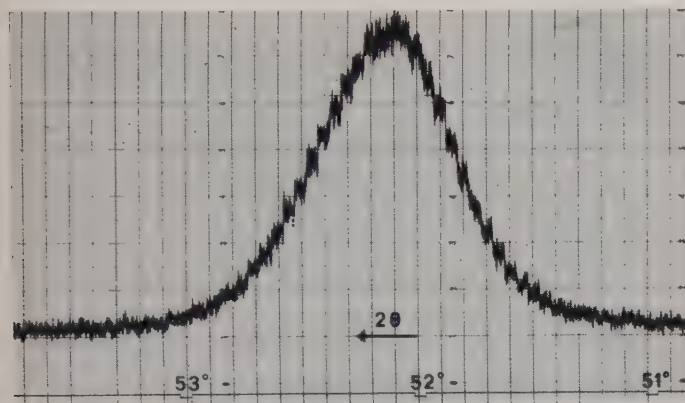
PRINCIPE DU GONIOMETRE ET PARCOURS DU FAISCEAU



a)



c)



b)

FIG. 9

Quelques exemples de profils de raie de diffraction. Reproduction des enregistrements (acier Z 30 C 13).

- a) Echantillon témoin pour la correction de l'élargissement instrumental (trempé et revenu 5 h à 700 °C).
- b) Echantillon ayant subi le traitement thermique de référence.
- c) Echantillon ayant subi le T.T.M.H.T. caractérisé par une déformation de 3 tours à 950 °C et 1 000 tr/mn.

A partir de ces enregistrements, les calculs décrits en annexe nous ont permis la détermination de :

— la concentration du carbone en solution solide interstitielle (sites « z ») dans la martensite);

— la taille moyenne des domaines cohérents de la martensite;

— la moyenne quadratique des distorsions du réseau martensitique.

L'objet de ces mesures était la détermination de la structure de la martensite et des modifications produites par les différents T.T.M.H.T. effectués. Nous montrons comment à partir de ces mesures et de leur confrontation avec les observations dilatométriques et métallographiques, on peut mettre en évidence certains des mécanismes « d'hérédité » proposés (cf § 1.3.2).

CHAPITRE III

Les résultats obtenus

3.1. — COMPORTEMENT DE L'AUSTÉNITE AU COURS DE LA DÉFORMATION A CHAUD

Les figures 10 et 11 montrent les courbes couple-nombre de tours obtenues lors des essais de torsion à chaud effectués dans les mêmes conditions de vitesse et température de déformation que les T.T.M.H.T. étudiés. Ces courbes présentent l'allure classique, maintes fois observée^{2, 27} : pour les faibles déformations le couple croît, pour un certain

taux critique de déformation il passe par un maximum et pour les grandes déformations on observe un palier (couple indépendant de la déformation).

Il faut noter (cf. annexe A) que le maximum de contrainte à la périphérie précède quelque peu le maximum de couple. Le maximum de la contrainte à la périphérie est voisin du repère B sur la figure n° 10.

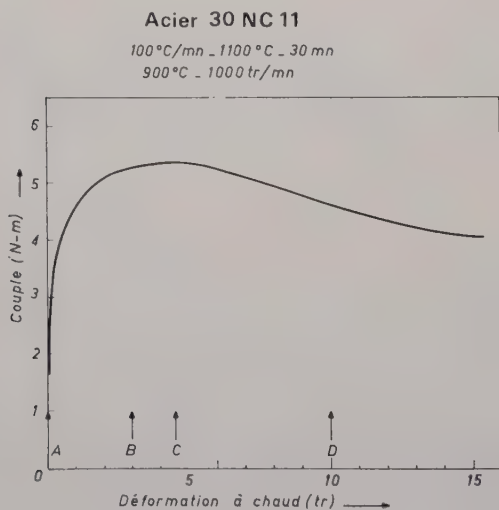


FIG. 10

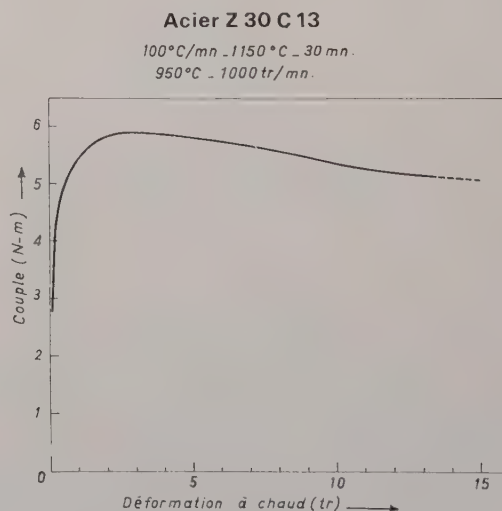


FIG. 11

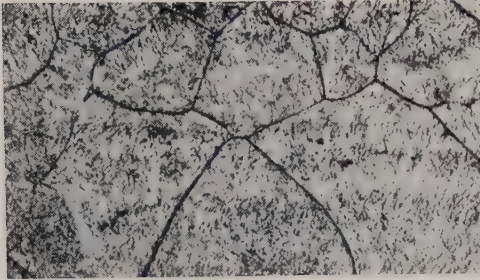
Courbes couple-nombre de tours enregistrées pendant les essais de torsion à chaud.

PLANCHE I
Acier 30 NC 11

Grain γ

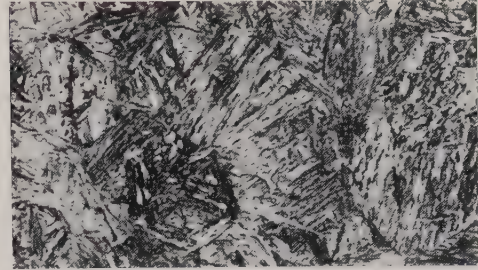
Grain α

A



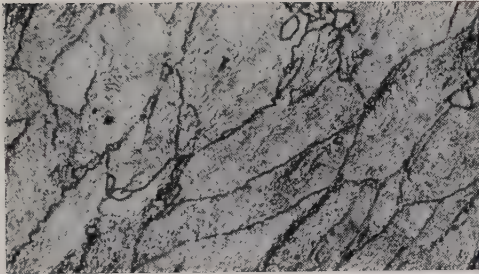
× 200

A'



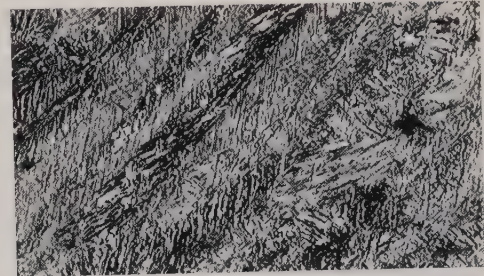
× 200

B



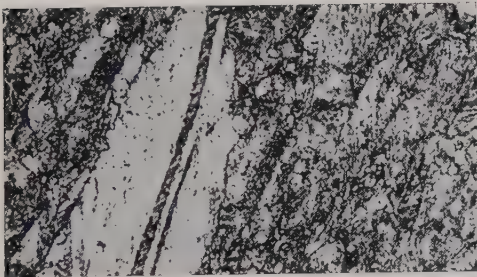
× 200

B'



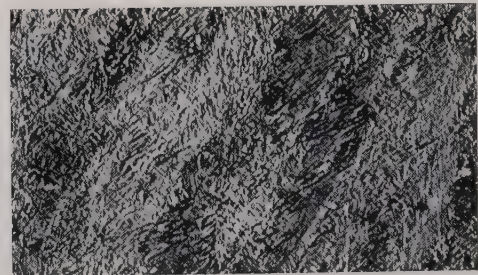
× 200

C



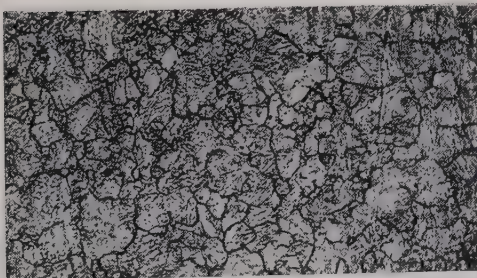
× 200

C'



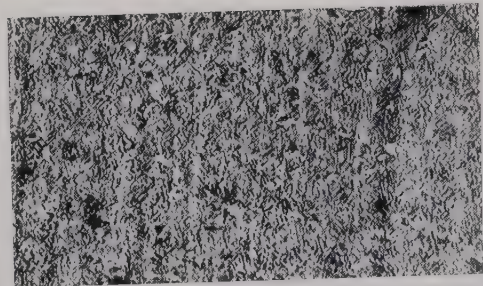
× 200

D



× 400

D'



× 200

100 °C/mn - 1 100 °C - 30 mn - 900 °C - 1 000 tr/mn - Trempe sans délai - Repères (voir fig. 10).

A - A' : sans déformation;

C - C' : 4,5 tr;

B - B' : 3 tr;

D - D' : 10 tr (état de régime).

Rossard a montré²⁷ que ce maximum de la contrainte à chaud est obtenu (toutes autres conditions égales par ailleurs) pour une déformation d'autant plus importante que la température est plus basse ou la vitesse plus élevée. Pour les deux aciers en question, et dans les conditions citées plus haut (cf. § 2.4), ce maximum de la contrainte est obtenu pour une déformation d'environ 3 tours (fig. 33). Ceci est équivalent (cf. § 2.3.2) à une réduction par laminage d'environ 43 %, réalisée à une vitesse de $3,2 \text{ s}^{-1}$ (vitesse moyenne de déformation par laminage équivalente à la vitesse de déformation à la périphérie des éprouvettes). Nous verrons plus loin que ce taux de déformation, pour lequel la contrainte subie par l'austénite passe par un maximum, joue un rôle considérable dans l'interprétation des résultats obtenus.

3.2. — RÉSULTATS RELATIFS A L'ACIER 30 NC 11

3.2.1. - Structures austénitiques

La série de micrographies reproduites sur la planche I (colonne de gauche) montre l'effet de la déformation, suivie de trempe sans délai, sur le grain austénitique.

La structure initiale (repère A, fig. 10 et planche I) présente des grains d'austénite avec des joints non perturbés. Il s'agit de la structure associée au T.T. de référence : le cycle thermique a été choisi de façon à obtenir une bonne mise en solution et un grain équiaxe, stable dans le temps, suffisamment gros pour permettre les examens micrographiques, mais assez petit par rapport aux dimensions de l'éprouvette de torsion.

Lorsque la déformation augmente, les joints sont fortement perturbés et présentent l'aspect en « dents de scie » déjà décrit dans la littérature (cf. § 1.3.2). Pour une déformation telle que la contrainte maximale soit presque atteinte, un début de recristallisation se manifeste au voisinage des grains initiaux fortement perturbés (repère B). Cette recristallisation dynamique²⁶ envahit progressivement toute la matrice (repère C). Au palier de contrainte on se trouve en présence de nouveaux grains plus petits que le grain initial (repère D).

Nous avons donc vérifié ainsi²⁷ que la courbe contrainte-déformation, obtenue par torsion à chaud, rend compte fidèlement de

l'évolution du métal en cours de la déformation². On voit, en particulier, que la déformation correspondant au maximum de contrainte à chaud (repère B) joue un rôle particulier dans l'évolution du grain austénitique : pour les déformations voisines de celle-ci on voit apparaître les premiers nouveaux grains produits par la recristallisation dynamique.

Nous avons étudié aussi l'évolution du métal au cours du temps, lors d'un maintien volontaire à 900°C entre la fin de la déformation et le début de la trempe. Ceci a été fait à la suite de deux taux de déformation différents : 3 tours (maximum de la contrainte à chaud) et 10 tours (palier de contrainte). Lors du maintien après déformation, on assiste au développement d'une *recristallisation statique* à partir de deux structures différentes : une structure déformée et non recristallisée dynamiquement (3 tours) et une structure déformée jusqu'à la recristallisation dynamique (état de régime). La figure 12 montre l'évolution de la taille moyenne du grain austénitique, dans les deux cas, en fonction du temps de maintien après déformation. Les faits observés peuvent être résumés ainsi³³ :

La recristallisation statique provoque un affinage du grain lorsque l'état d'origine est fortement consolidé (3 tours), et un grossis-

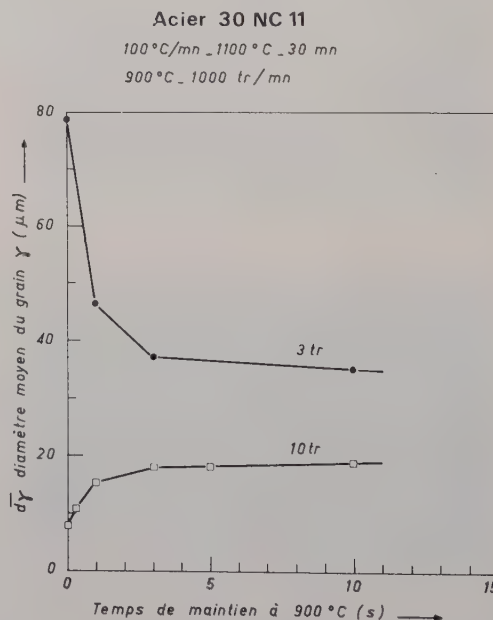


FIG. 12

Evolution de la taille moyenne du grain austénitique pendant un séjour à la température de déformation après l'arrêt de celle-ci et avant la trempe.

sement du grain lorsque l'état d'origine est l'état de régime stationnaire (avec un grain déjà affiné par la recristallisation dynamique).

3.2.2. - Structures martensitiques à l'état trempé. Propriétés mécaniques

Une attaque au nital (2 % d'acide nitrique en solution dans l'alcool éthylique) met en évidence les structures martensitiques produites par trempe à partir des structures austénitiques déjà écrites (planche I)*. On constate tout de suite une « parenté » entre les deux structures (γ et α) et l'on peut dire que la taille apparente des plaquettes de martensite est étroitement liée à la taille du grain austénitique. La structure la plus fine, à l'échelle de la micrographie optique, est celle qui correspond à l'état de régime (10 tours, repères D, D').

De plus, cette évolution parallèle du grain austénitique et du « grain » martensitique qui en résulte, se trouve confirmée par des obser-

* Les deux types d'attaque micrographique ne sont pas réalisables sur une même coupe; les micrographies A-A', B-B', ... correspondent donc à des plages différentes du même échantillon (cf. § 2.7).

vations micrographiques faites après recristallisation statique.

La figure 13 présente l'évolution de la limite élastique en cisaillement à 20 °C (cf. paragraphe 2.5) de la martensite non revenue, en fonction de la déformation subie par l'austénite avant trempe (sans délai). La courbe répète les singularités repérées A, B, C, D, déjà signalées. La valeur la plus élevée de la limite élastique correspond à la déformation à chaud de 3 tours (repère B, fig. 10), c'est-à-dire au maximum de contrainte à chaud subie par l'austénite. *Il faut remarquer que, dans ces conditions, la structure la plus fine (repère D, planche I) ne fournit pas les meilleures propriétés mécaniques. Ceci est confirmé par les résultats obtenus après trois tours de déformation et maintien (fig. 14) : l'effet bénéfique du T.T.M.H.T. disparaît rapidement avec la recristallisation statique de l'austénite et ceci bien que là la structure s'affine (voir fig. 12).*

La figure 15 montre l'influence de la quantité de déformation à chaud sur la dureté Vickers (charge 50 kg) : bien que la dureté soit une propriété sensible à la taille de grain, on constate un durcissement important dès les faibles déformations (1,5 tour).

Nous avons déjà fait remarquer (cf. paragraphe 2.5) que la ductilité est difficilement caractérisable lors des essais de torsion à

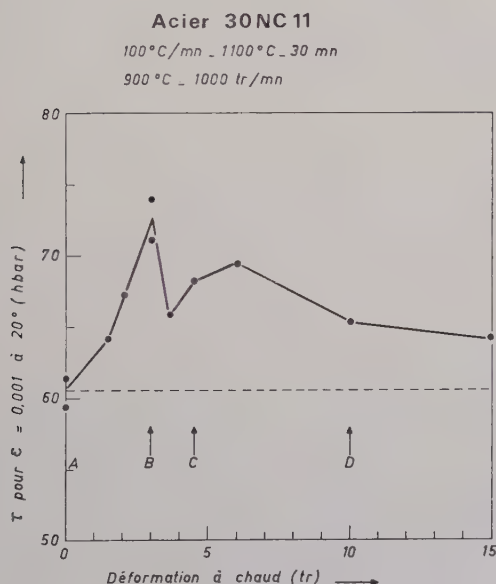


FIG. 13

Variation de la limite d'élasticité de la martensite en fonction de la quantité de déformation subie par l'austénite.

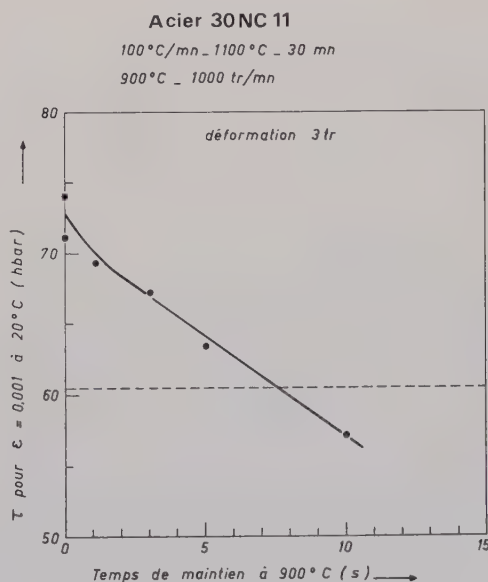


FIG. 14

Variation de la limite d'élasticité de la martensite en fonction du temps de maintien avant trempe (après la déformation 3 tr).

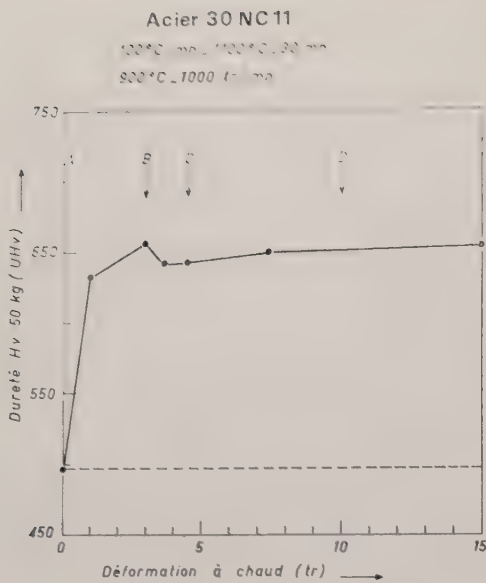


FIG. 15

Variation de la dureté de la martensite en fonction de la quantité de déformation subie par l'austénite.

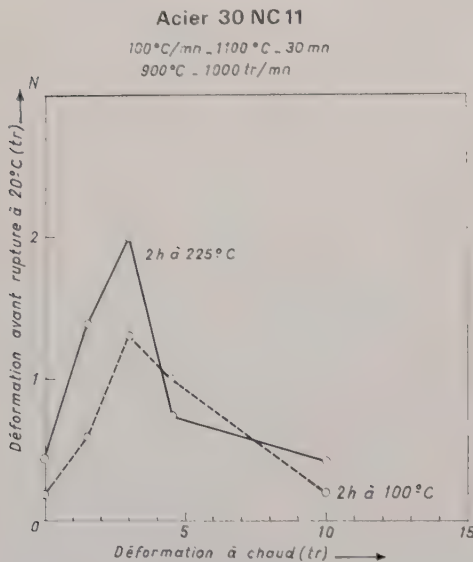


FIG. 16

Nombre de tours avant rupture, lors de l'essai de torsion à l'ambiante, en fonction de la quantité de déformation à chaud et pour deux conditions de revenu.

l'ambiante. Le nombre de tours avant rupture nous sert à comparer entre elles les éprouvettes de torsion ayant subi différents T.T.M.H.T. On observe (fig. 16) que le T.T.M.H.T. produit une augmentation sensible du nombre de tours avant rupture, en particulier pour les déformations à chaud voisines de repère B (fig. 10).

Il faut noter aussi que le T.T.M.H.T. diminue considérablement la sensibilité à la formation de tapures de trempe.

D'après les résultats obtenus (v. fig. 14, 15 et 16) on voit que l'amélioration des propriétés mécaniques de la martensite est à relier avec la consolidation subie par l'austénite lors de la déformation à chaud (v. fig. 10).

De plus, les résultats obtenus après déformation à chaud suivie de maintien à la température de déformation, montrent que l'effet bénéfique du T.T.M.H.T. s'estompe avec la recristallisation qui a lieu après déformation (v. fig. 12 et 14) et ceci même dans le cas où cette recristallisation statique produit une diminution de la taille de grain.

Il faut donc chercher l'origine de cette amélioration des propriétés mécaniques dans une possible modification de la structure de la martensite, autre que celle observée par microscopie optique (variation de la taille de grain).

C'est ici où l'analyse du profil des raies de diffraction des rayons X nous a été d'une aide précieuse.

Nous exposons ici les résultats obtenus par cette méthode, on trouvera en annexe (annexe B) la description détaillée.

On a porté sur la figure 17 la teneur en carbone en solution dans la martensite après les différents T.T.M.H.T. caractérisés par un taux croissant de déformation.

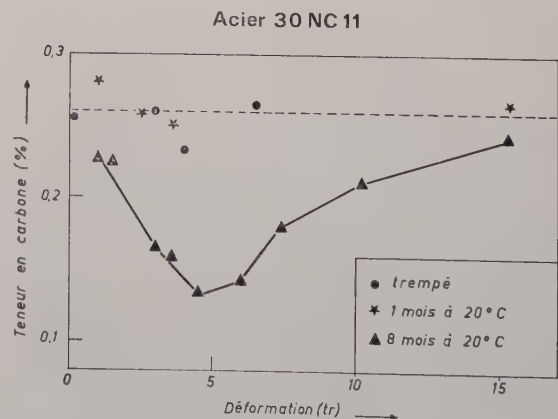


FIG. 17

Evolution de la quantité de carbone en solution après T.T.M.H.T. en fonction de la déformation subie à chaud.

A l'état fraîchement trempé on n'a pas observé de variation significative de la concentration de carbone en solution en fonction du taux de déformation à chaud. On constate, d'autre part, que le vieillissement à l'ambiante est très important après les T.T.M.H.T. comportant une déformation comprise entre 3 et 7,5 tours.

La figure 18 montre la variation de la taille moyenne des domaines cohérents de la martensite, D , en fonction du taux de déformation subi par l'austénite. On voit que, pour cet acier, la taille des domaines cohérents est plus grande après T.T.M.H.T., ce qui serait en contradiction avec les résultats exposés par certains auteurs^{34, 10}.

La moyenne quadratique des distorsions, Σ , du réseau martensitique présente une évolution (fig. 19) semblable à celle de la taille moyenne des domaines cohérents; on l'observe au maximum vers 3 tours (repère B, fig. 10).

Cet ensemble de résultats concernant la structure et propriétés des martensites obtenues par T.T.M.H.T. de l'acier 30 NC 11

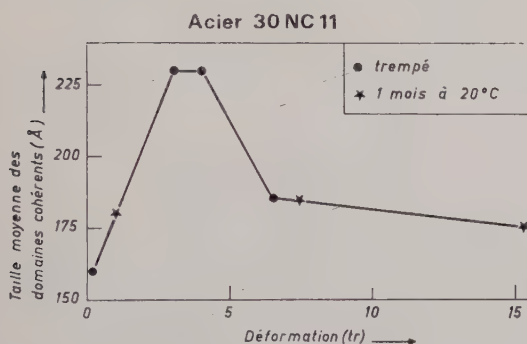


FIG. 18

Evolution de la taille moyenne des domaines cohérents après T.T.M.H.T. en fonction de la déformation subie à chaud.

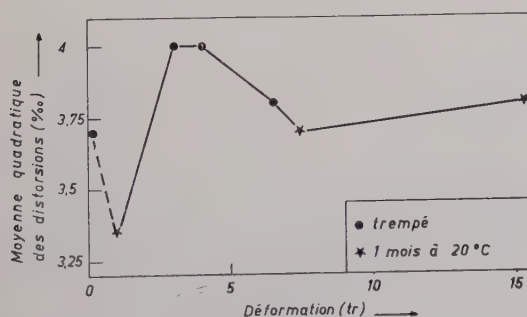


FIG. 19

Evolution de la moyenne quadratique des distorsions du réseau après T.T.M.H.T. en fonction de la déformation subie à chaud.

éclaire déjà un certain nombre de points relatifs aux particularités de ces martensites :

— Le T.T.M.H.T. ne produit, pour cet acier, ni précipitation, ni ségrégation du carbone à l'état trempé. Le carbone se trouve en solution solide interstitielle d'après les mesures du rapport de tétragonalité $\left(\frac{a}{c} - 1\right)$.

— L'état du réseau martensitique est en étroite relation avec la consolidation subie par l'austénite. Pour s'en rendre compte il suffit de comparer l'allure des courbes représentées sur les figures 10, 18 et 19;

— La comparaison des propriétés mécaniques obtenues (fig. 14) et des paramètres décrivant les structures martensitiques (D , Σ) met en évidence le fait suivant : le mécanisme d'héritage est de nature intracristalline et concerne sûrement la variation de la distribution et de la densité moyenne de défauts (dislocations et autres) du réseau martensitique;

— Cette configuration réseau + défauts rend la solution solide très instable, ce qui pourrait expliquer le vieillissement observé (fig. 17).

3.2.3. - Le revenu après T.T.M.H.T.

Après avoir mis en évidence les modifications de la structure et des propriétés de la martensite, produites par le T.T.M.H.T., nous avons suivi l'évolution des propriétés mécaniques et des microstructures en fonction de la température de revenu (2 heures).

a) PROPRIETES MECANIQUES.

La figure 20 montre l'évolution de la limite d'élasticité (en cisaillement) de la martensite en fonction de la température à laquelle on a réalisé les revenus, et ceci pour 3 déformations. La courbe inférieure correspond au T.T. de référence (repère A) et la courbe supérieure au T.T.M.H.T. optimal (repère B). Les résultats obtenus pour des éprouvettes déformées de quantités plus grandes ou plus petites que 3 tours se placent entre ces deux courbes. L'allure générale de ces courbes montre un accroissement de résistance au cisaillement pour les revenus réalisés à 80 °C. Dès 100 °C la limite élastique décroît. Jusqu'à 300 °C environ, la limite élastique des éprouvettes déformées reste supérieure à celle des éprouvettes n'ayant pas subi le T.T.M.H.T.

L'évolution du nombre de tours avant rupture à la température ambiante, en fonction de la température de revenu, est présentée pour deux déformations (repères A et B) sur la figure 21. Pour le T.T. de référence, on remarque que la consolidation observée après revenu de 2 heures à 80 °C s'accompagne d'une amélioration de la ductilité, amélioration qui disparaît pour un revenu de 2 heures à 100 °C. Pour les revenus à des températures supérieures à 200 °C la ductilité ne cesse de croître jusqu'à l'apparition du phénomène de

fragilité de revenu. Après T.T.M.H.T. (repère B) on constate que la ductilité augmente très fortement avec la température de revenu sans diminuer ni dans la zone comprise entre 80 °C et 200 °C, ni dans la zone de la fragilité de revenu. On remarque qu'après un même traitement de revenu, le nombre de tours à la rupture est beaucoup plus grand après T.T.M.H.T. Comme pour la limite élastique les résultats obtenus pour d'autres déformations se placent entre les deux courbes présentées.

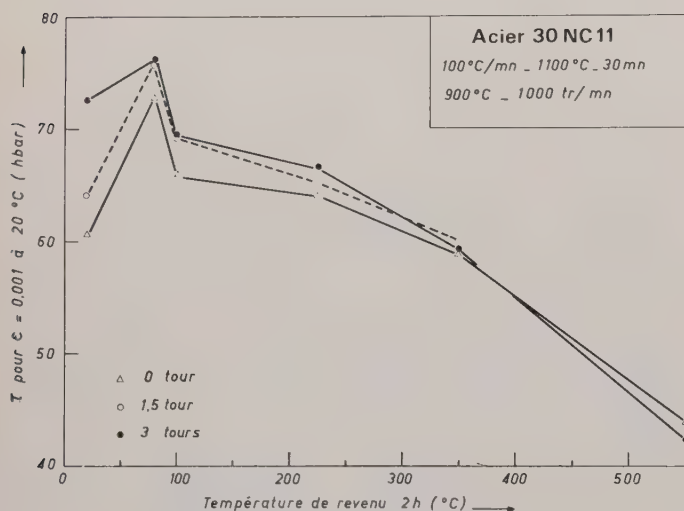


FIG. 20

Evolution de la limite élastique en cisaillement à 20 °C en fonction de la température de revenu.

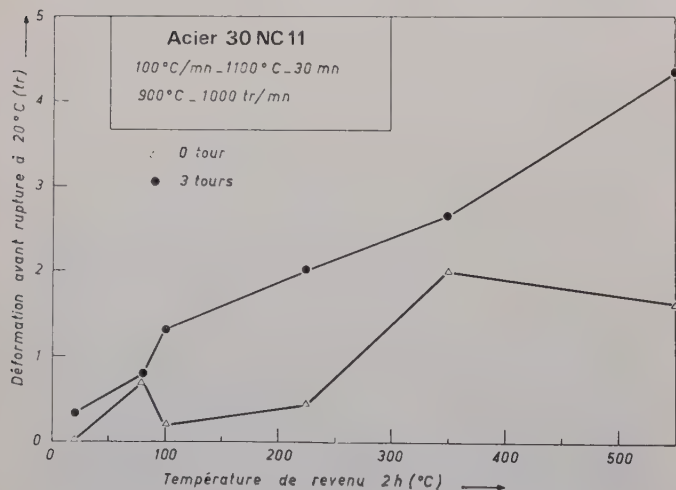


FIG. 21

Evolution du nombre de tours avant rupture à 20 °C en fonction de la température de revenu.

La figure 22 montre l'évolution de la dureté de la martensite en fonction de la déformation à chaud subie par l'austénite, et ceci pour diverses températures de revenu. Un durcissement important par rapport aux éprouvettes non déformées se constate dès 1,5 tour de déformation. A revenu identique, les éprouvettes issues d'un T.T.M.H.T. sont toujours plus dures que celles issues d'un T.T. de référence. On remarque que pour les grandes déformations (10 tours, repère D), la dureté se maintient à un niveau élevé, bien que la limite élastique et la ductilité soient inférieures aux valeurs obtenues pour une déformation de 3 tours (repère B). Ceci peut s'expliquer par l'affinage du grain résultant de la recristallisation dynamique.

Un moyen commode de mettre en évidence l'effet du T.T.M.H.T. sur l'évolution des pro-

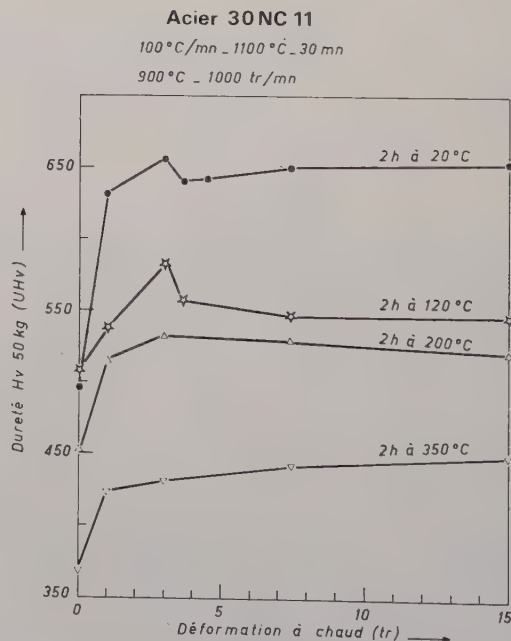


FIG. 22

Evolution de la dureté Vickers en fonction de la déformation subie à chaud et de la température de revenu.

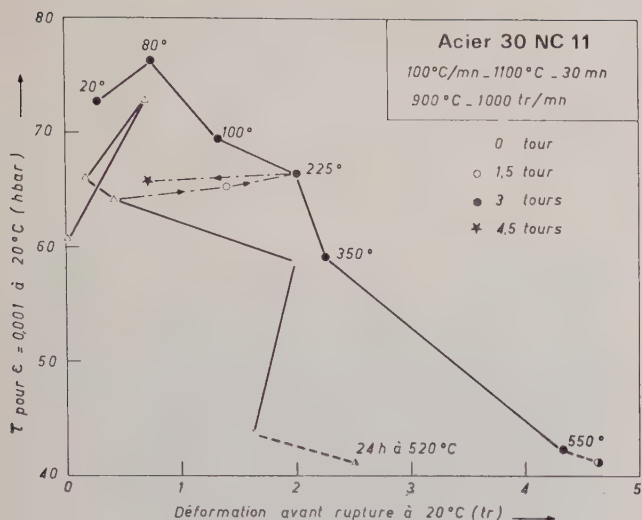


FIG. 23

Diagramme limite élastique en cisaillement-nombre de tours avant rupture à 20 °C.

priétés mécaniques après revenu, consiste à porter en abscisse la déformation avant rupture à l'ambiante et en ordonnée la limite élastique en cisaillement (fig. 23).

Le tracé inférieur gauche relie les résultats obtenus après T.T. de référence (repère A) et revenu, le tracé supérieur droit, ceux obtenus après T.T.M.H.T. (repère B) et revenu. Les points représentatifs des éprouvettes ayant subi une déformation à chaud plus grande ou plus petite que 3 tours se placent entre les deux courbes tracées. Ainsi, on voit l'évolution en fonction du degré de déformation à chaud pour un revenu de 2 heures à 225 °C (chemin vectoriel).

Il est clair, d'après cette représentation, que l'effet du T.T.M.H.T. sur cet acier se caractérise par :

— une nette augmentation de la limite élastique et une amélioration sensible de la ductilité pour les basses températures de revenu (< 300 °C) ;

— une grande augmentation de la ductilité pour les revenus à température supérieure à 300 °C, ceci même dans des conditions fragilisantes (24 heures à 520 °C).

Ces effets présentent un maximum pour les martensites issues d'une austénite consolidée au maximum, sans intervention de la recristallisation (dynamique et, $\rightarrow$ ou statique).

b) PRECIPITATION DE REVENU.

La technique (répliques directes au carbone) employée ne nous a pas permis d'extraction significative de particules (carbures) à l'état trempé, que ce soit après T.T. de référence ou après les différents cycles de T.T.M.H.T. réalisés. L'absence de cémentite d'autorevenu, malgré un point M_s assez élevé, confirme la sévérité de la trempe employée. Nous avons montré, par ailleurs, que le carbone se trouve en solution solide dans la martensite (fig. 17) traîchement trempée.

L'objectif visé par les observations métallographiques que nous allons décrire était la mise en évidence des possibles modifications de la précipitation de revenu produites par le T.T.M.H.T.

Etant donné le caractère qualitatif des observations réalisées par microscopie électronique, nous nous sommes surtout attachés à l'étude des deux « extrêmes », afin de mieux saisir les différences à chaque stade du revenu :

— Traitement thermique de référence (repère A, fig. 10) ;

— T.T.M.H.T., 3 tours (repère B, fig. 10).

Un revenu de 2 heures à 80 °C produit une précipitation fine et dispersée de carbures sous forme de particules à peu près équiaxes de 250 Å environ (planche II, a et b).

Les diagrammes de diffraction électronique et de rayons X indiquent qu'il s'agit d'un carbure de réseau orthorhombique dont les paramètres sont $a = 4,40$ Å ; $b = 5,16$ Å ; $c = 6,70$ Å. Ceci nous permet de penser qu'il s'agit de cémentite. Après revenu à 100 °C et au-dessus, la précipitation de cémentite se présente sous forme classique d'aiguilles (planche II, c).

Après 2 heures à 350 °C la précipitation intergranulaire est accompagnée d'une précipitation assez intense aux joints des plaquettes de martensite (planche III, a). Les précipités de cémentite intergranulaire ont une structure « fibreuse » responsable de l'apparition de traînées dans les diagrammes de diffraction électronique (planche III, a').

— T.T.M.H.T. (3 tours).

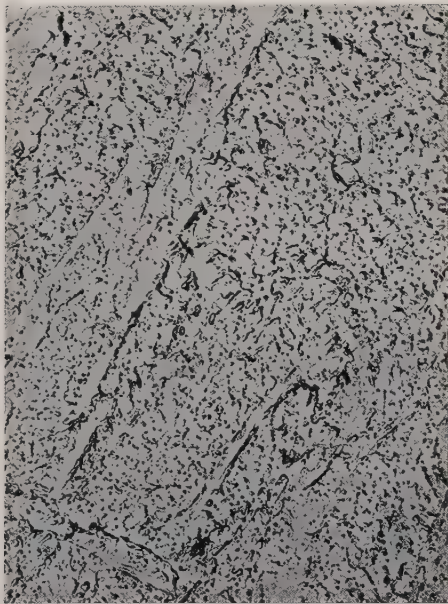
Aucune précipitation n'est décelable après un revenu de 2 heures à 80 °C. Après revenu

PLANCHE II

Acier 30 NC 11

Structures de revenu après T.T. de référence.

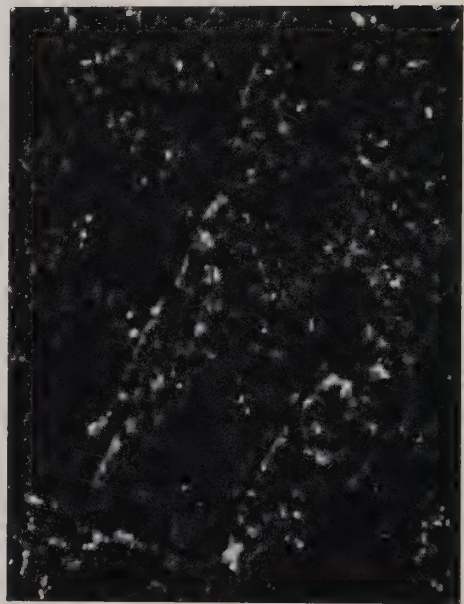
Répliques avec extraction.



a)
Fond clair.

 $\times 17\,000$

2 h à 80 °C.



b)
Fond noir

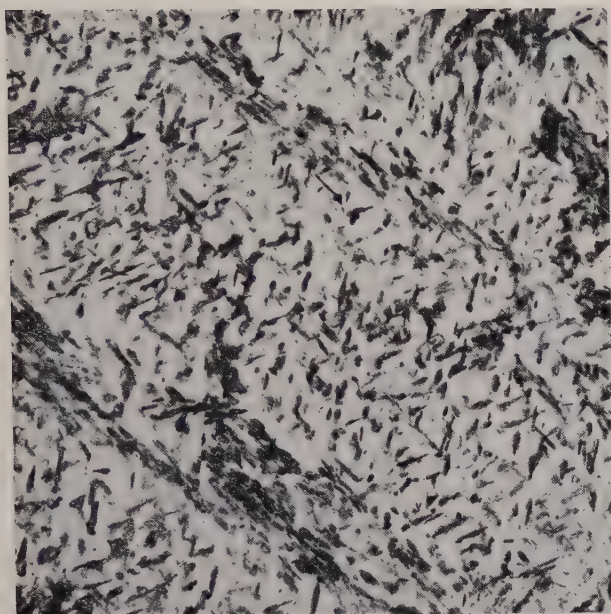
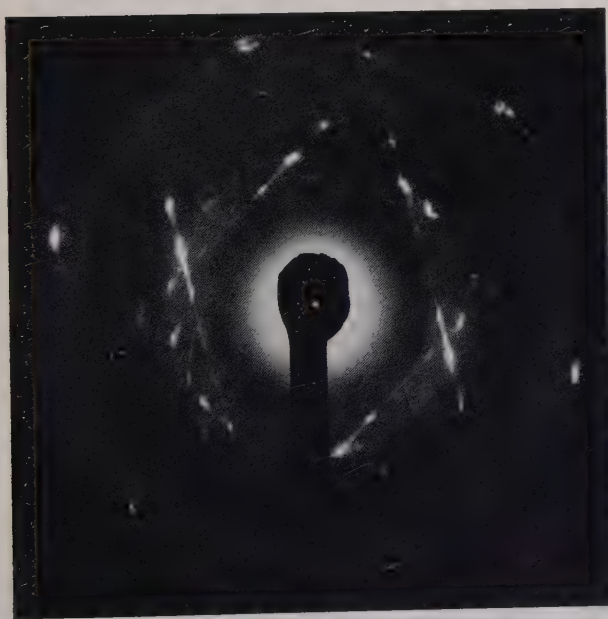


c) $\times 20\,000$
2 h à 100 °C.

PLANCHE III

Acier 30 NC 11

Répliques avec extraction.

a) $\times 17\,000$ b) $\times 17\,000$ 

a') Plage a (cémentite)
2 h à 350 °C après T.T.



b') Plage b (cémentite)
2 h à 350 °C après T.T.M.H.T. (3 tr)

Diagrammes de diffraction électronique

de 2 heures à 100 °C, on ne constate pas la précipitation sous forme d'aiguilles de cémentite (observée après T.T.). Néanmoins, un fin « gravage » observé sur les répliques laisse soupçonner une fine précipitation. Ce n'est que pour les températures de revenu comprises entre 200 et 300 °C que les premiers précipités sous forme d'aiguilles et « d'amas fibreux » apparaissent.

Ces précipités sont, à revenu égal, moins nombreux que dans le cas du traitement thermique de référence (planche III, *b*) et ils coexistent avec une fine précipitation intra-granulaire de cémentite. Ces fins précipités ont été identifiés par des observations en fond noir⁴¹. Leur taille est de 100 Å environ. Les diagrammes de diffraction électronique (planche III, *b'*) sont indexables en prenant entre ces fins précipités et la matrice martensitique les relations d'orientation cémentite-ferrite proposées par Bagaryatskii.

c) OBSERVATIONS DILATOMETRIQUES ET RADIOCRISTALLOGRAPHIQUES

Les revenus cyclés (cf. paragraphe 2.6) réalisés après différents T.T.M.H.T. ont montré que les modifications de la précipitation de revenu ont lieu, pour cet acier, sans variation significative de la fraction volumique précipité lors d'un tel revenu cyclé

$$(150\text{ °C/h} \nearrow 2\text{ h } 300\text{ °C} \searrow 150\text{ °C/h}).$$

Le dosage du carbone en solution interstitielle après revenu de 2 h à 200 °C montre (fig. 24) que les martensites provenant d'un

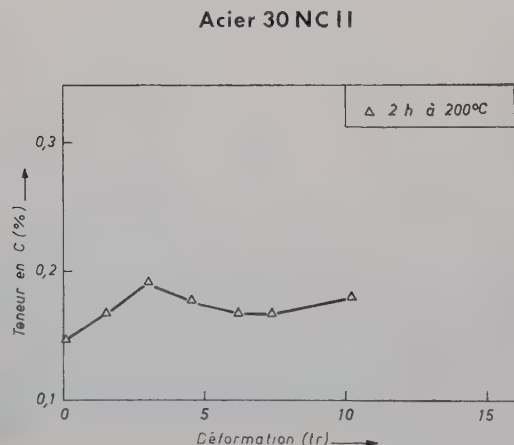


FIG. 24

Evolution de la quantité de carbone en solution en fonction de la déformation subie à chaud. T.T.M.H.T. suivi de revenu, 2 h à 200 °C.

T.T.M.H.T. conservent plus de carbone en solution interstitielle que celles obtenues par traitement thermique. Cet effet est sensible dès les faibles déformations et présente un maximum pour le T.T.M.H.T. caractérisé par une déformation de 3 tours (repère B).

Ceci est en accord avec les observations effectuées par microscopie électronique (voir paragraphe précédent) après revenu à 100 °C et 200 °C : il y a effectivement un ralentissement de la précipitation de revenu à ces températures après T.T.M.H.T.

d) REVENU DANS LES CONDITIONS FRAGILISANTES

Nous avons effectué quelques observations sur les structures obtenues par revenu aux températures comprises entre 500 et 600 °C. Ces observations ont été faites par microscopie électronique à l'aide de répliques directes au carbone prélevées sur des coupes polies et légèrement attaquées au nital. Après T.T.M.H.T. on a observé une répartition plus fine de la cémentite globulaire, mais cet effet n'est pas très marqué.

Ainsi donc l'effet de T.T.M.H.T. sur la précipitation de revenu s'estompe pour les températures de revenu trop élevées.

Il a été possible d'effectuer quelques observations microfractographiques sur le faciès de la zone périphérique d'éprouvettes de torsion, rompues par choc à la température de l'azote liquide (— 190 °C). Ces éprouvettes, provenant de différents T.T.M.H.T. (ou T.T.) avaient subi, au préalable, un revenu fragilisant (24 h à 550 °C).

Les échantillons ayant subi le traitement thermique de référence présentent un faciès de rupture de type fragile (clivages et décohéation intergranulaire). Les échantillons ayant subi un T.T.M.H.T. présentent un faciès mixte fragile-ductile (clivage et cupules) avec une proportion de faciès ductile qui dépend du T.T.M.H.T. préalable à la fragilisation. Ceci n'a qu'une valeur indicative, puisqu'il ne nous a pas été possible de faire des mesures quantitatives correctes.

Les mécanismes responsables de la fragilité de revenu sont encore mal connus et souvent objet de controverse. Ce qui semble acquis, c'est qu'il faut chercher l'explication de la fragilisation ailleurs que dans le rôle joué par la cémentite intergranulaire (anciens joints austénitiques).

3.3. — RÉSULTATS RELATIFS A L'ACIER Z 30 C 13

Il n'a pas été possible d'observer le grain austénitique de cet acier, car il ne réagit pas aux attaques micrographiques essayées⁴³.

3.3.1. - Etude de la mise en solution préalable

Pour cet acier-là nous avons cherché à obtenir une structure initiale (avant déformation) caractérisée par une mise en solution aussi complète que possible du carbone et du chrome.

L'observation du carbone en solution a été réalisée dans les conditions suivantes : des échantillons de quelques cm³ ont été austénitisés à différentes températures pendant 30 minutes : l'austénitisation était alors arrêtée par une trempe à l'eau.

La martensite ainsi obtenue a été alors soumise à des analyses de profil de raie de dif-

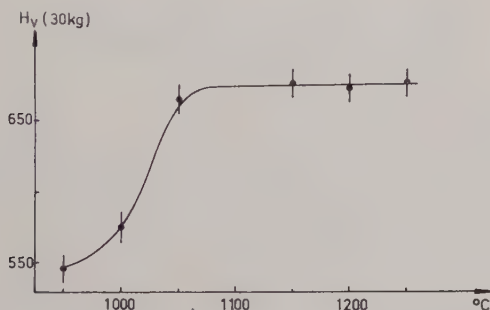


FIG. 25

Evolution de la dureté de la martensite en fonction de la température d'austénitisation (30 mn).
Acier Z 30 C 13.

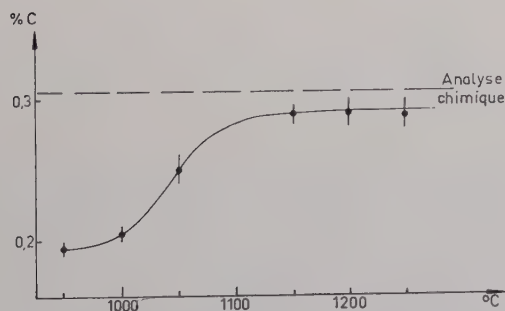


FIG. 26

Evolution de la quantité de carbone en solution en fonction de la température d'austénitisation (30 mn).
Acier Z 30 C 13.

fraction des rayons X. On a réalisé aussi des mesures de dureté (Vickers).

On a porté sur la figure 25, la dureté de la martensite obtenue et sa variation en fonction de la température d'austénitisation. La figure 26 reproduit la variation de la teneur en carbone interstitiel dans la martensite en fonction de la température d'austénitisation.

Il restait à vérifier que la mise en solution réalisée à 1 150 °C (lors du T.T. de référence et lors des T.T.M.H.T.) n'était pas altérée par le refroidissement et la stabilisation à la température de travail (950 °C, cf. paragraphe 2.4).

Pour vérifier ce point particulier, nous avons effectué des maintiens isothermes à 950 °C, suivis de trempe à l'eau, après austénitisation à 1 150 °C : les figures 27 et 28 montrent l'évolution de la dureté et de la teneur en carbone interstitiel de la martensite, en fonction du temps de maintien avant trempe.

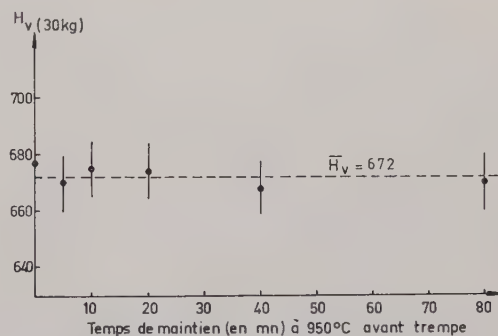


FIG. 27

Evolution de la dureté de la martensite en fonction du temps de maintien à 950 °C avant trempe, après austénitisation à 1 150 °C.

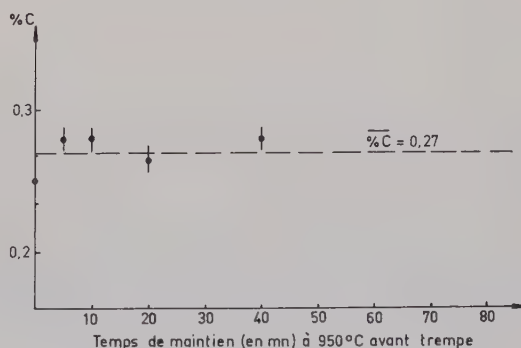


FIG. 28

Evolution de la teneur en carbone de la martensite en fonction du temps de maintien à 950 °C avant trempe, après austénitisation à 1 150 °C.

De tout ceci nous pouvons conclure que la mise en solution obtenue à 1 150 °C (30 mn) n'est pas altérée par un maintien de quelques minutes à 950 °C, et ceci même si le maintien est prolongé au delà d'une heure (environ).

Ainsi donc la mise en solution associée au T.T. de référence de cet acier est complète et l'autorevenu est inexistant dans les conditions de trempe utilisées.

3.3.2. - Structures martensitiques à l'état trempé

L'évolution de la structure martensitique de cet acier, en fonction du taux de déformation subi par l'austénite, est telle qu'on observe par microscopie optique et analogue à celle de l'acier 30 NC 11.

Pour cet acier (Z 30 C 13) on était dans le droit de se demander si la déformation à chaud de l'austénite stable provoquait une précipitation du carbone dans l'austénite, vu la teneur en chrome de cet acier. On disposait, d'autre part, d'un certain nombre de résultats concernant le traitement thermomécanique à basse température (austéniformage) d'un acier de même nuance¹⁵. Ces résultats faisaient apparaître une influence de la déformation plastique (entre 400 °C et 550 °C) sur la stabilité de la solution solide en austénitique métastable.

L'existence de très petits précipités de carbure de chrome dans la martensite ne peut être ni prouvée, ni infirmée, par des observations sur lames minces. Ceci est facilement compréhensible : la consolidation préalable de l'austénite produit une structure martensitique tellement perturbée sur l'analyse par les techniques d'aire sélectionnée est rendue impraticable*.

Ceci dit, les fragments (blocs) des plaquettes de martensite semblent garder entre eux une orientation de macles, ce qui nous semble être en accord avec des observations réalisées par différents auteurs^{37, 38, 39, 54}.

L'analyse du profil de raie de diffraction des rayons X nous a permis la mise en évidence de la variation de la tétragonalité de la mar-

tensite en fonction de la quantité de déformation subie par l'austénite avant trempe. La figure 29 montre ces résultats : nous avons porté en ordonnées la teneur en carbone interstitiel responsable des rapports de tétragonalité observés (voir annexe B).

La tétragonalité de la martensite présente un minimum vers 3 ou 4 tours. De ceci on peut conclure seulement que la consolidation de l'austénite produit une diminution du rapport c/a de la martensite obtenue par trempe. Mais ces résultats ne prouvent pas, à notre avis, qu'il y ait eu précipitation de carbures de chrome dans l'austénite. Nous reviendrons sur ce point lors de la discussion des observations dilatométriques du revenu.

Nous avons essayé de mesurer les propriétés mécaniques de ces martensites non revenues. Leur fragilité est trop grande pour permettre l'enregistrement des courbes de torsion au delà de la limite d'élasticité, les éprouvettes ont cassé en général avant que cette limite soit atteinte.

3.3.3. - Observations dilatométrique et radiocristallographique du revenu

Nous avons déjà montré que pour cet acier, la martensite fraîchement trempée présente, après T.T.M.H.T. un rapport de tétragonalité plus faible que celle issue du traitement thermique de référence. On a calculé la teneur en

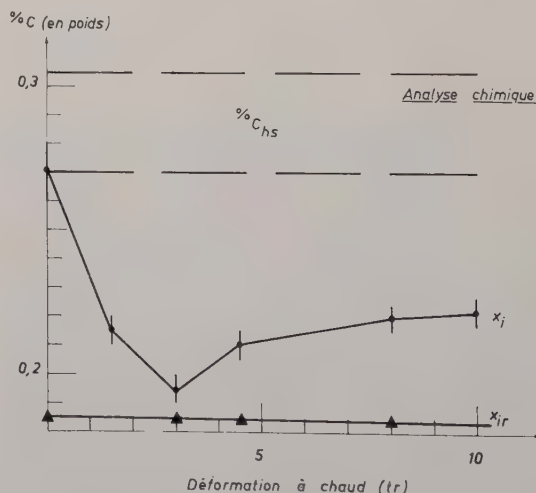


FIG. 29

Evolution de la teneur en carbone de la martensite en fonction de la déformation à chaud :

x_i - à l'état fraîchement trempé.

x_{ir} - après le cycle dilatométrique de revenu.

* Tout au moins en ce qui concerne l'obtention de diagrammes de diffraction simples permettant de prouver l'existence d'une sous-structure de précipitation.

carbone responsable de la tétragonalité observée. Il faut remarquer qu'il s'agit de la quantité de carbone qui, placée en solution interstitielle dans les sites octaédriques « z » du réseau de la martensite, produirait la tétragonalité calculée à partir de l'analyse du profil de raie de diffraction des rayons X. Nous appellerons x_i cette teneur (pondérale) en carbone interstitiel.

La teneur en carbone nominale, % C, obtenue par analyse chimique, peut être décomposée, pour la martensite à l'état trempé, en trois termes :

$$\% C = \% C_{hs} + x_i + \Delta \quad (A)$$

($\Delta = 0$ pour le T.T. de référence, v. fig. 10),

où % C_{hs} est la teneur en carbone non remis en solution à 1150 °C, lors de l'austénitisation;

x_i est la teneur en carbone interstitiel octaédrique « z »;

Δ est le carbone mis en solution à 1150 °C, mais se trouvant hors des sites « z » dans les martensites issues d'un T.T.M.H.T. Autrement dit, c'est le carbone qui n'apporte pas de contribution à la tétragonalité.

Les autres quantités représentent les mêmes grandeurs dans (B) et dans (A).

Si on suppose que le carbone qui se trouve ailleurs que dans les sites « z », à la suite d'un T.T.M.H.T., a effectivement précipité*, on a le droit d'écrire que :

$$x_C = x_i - x_{iR} \quad (C)$$

Autrement dit : seul le carbone en solution solide, interstitielle dans les sites octaédriques « z », est susceptible de précipiter (cémentite) lors du revenu de la martensite.

On a porté sur le tableau II et sur la figure 29 les valeurs de x_i , x_{iR} et x_C , calculées à partir des mesures de tétragonalité obtenues par l'analyse du profil de raie (annexe B).

A partir de ces données et des paramètres de la martensite (avant et après revenu) on peut calculer la contraction dilatométrique due à la transformation :



où α : martensite à x_i % de carbone;

α' : martensite à x_{iR} % de carbone;

$M_3 C$: cémentite.

TABLEAU II

QUANTITÉ de déformation à chaud (tr)	x_i %	x_{iR} %	$x_C \cdot 10^2$ %
0 (T.T.)	0,27	0,185	8,5
1,5	0,215	—	3
3	0,195	0,185	1
4,5	0,21	0,185	2,5
8	0,22	0,18	4
10	0,225	—	—

Après revenu à 300 °C (cf. paragraphe 2.6) le bilan du carbone peut s'exprimer ainsi :

$$\% C = \% C_{hs} + x_{iR} + x_C + \Delta \quad (B)$$

où x_{iR} est la teneur en interstitiels de la martensite revenue;

x_C est la teneur en carbone ayant précipité sous forme de carbures.

Nous avons porté sur le tableau III et la figure 30 les contractions dilatométriques calculées ($\Delta l/l$)_c (cf. annexe C) et les contractions effectivement observées ($\frac{\Delta l}{l}$)_{ob}.

* Soit dans l'austénite, sous forme de carbures de chrome; soit dans la martensite sous forme de cémentite d'autorevenu.

Les contractions $(\Delta l/l)_{obs}$ expriment la variation de longueur des éprouvettes dilatométriques prélevées *au bord* des éprouvettes de torsion, déformées (ou non).

Sur la troisième colonne du tableau III nous avons porté le rapport k entre les contractions observées et celles calculées, après chaque traitement.

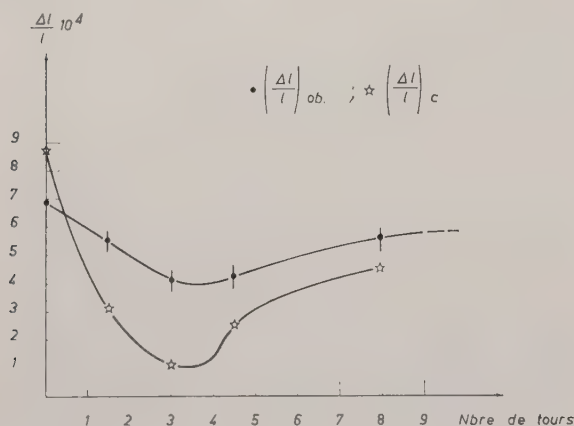


FIG. 30

Evolution des contractions dilatométriques de revenu observées et calculées en fonction de la quantité de déformation à chaud.

Si l'on suppose que ce modèle de transformation et ces calculs sont valables pour décrire la précipitation de revenu, ainsi que les T.T.M.H.T., il résulte qu'une partie du carbone qui ne contribue pas à la tétragonalité à l'état trempé après T.T.M.H.T. intervient lors du revenu pour former de la cémentite.

Le fait d'obtenir une fraction volumique de cémentite plus petite à la suite des T.T.M.H.T. semble indiquer que ce carbone « non interstitiel » (Δ) est dans un état métastable vis-à-vis de la formation de cémentite et qu'il n'est pas sous forme de précipités stables aux températures de revenu étudiées (jusqu'à 300 °C).

3.3.4. - Propriétés mécaniques après revenu

Acier Z 30 C 13 : la figure 31 montre l'évolution de la limite d'élasticité (en cisaillement) de la martensite en fonction de la température de revenu. On constate l'influence favorable du T.T.M.H.T., celui-ci se conservant jusqu'aux températures de revenu pour lesquelles a lieu le durcissement secondaire.

TABLEAU III

QUANTITÉ de déformation à chaud (tr)	$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_{ob} \cdot 10^4$	$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_c \cdot 10^4$	K
0 (T. T.)	6,96	8,7	0,8
1,5	5,5	3,1	1,8
3	4,1	1,1	3,9
4,5	4,2	2,5	1,6
8	5,6	4,4	1,3

La comparaison des contractions dilatométriques calculées et de celles effectivement observées donne lieu aux remarques suivantes :

Le type de transformation utilisé pour décrire la précipitation de revenu, ainsi que les calculs effectués, s'appliquent assez bien à la martensite issue du T.T. de référence.

Il faut remarquer que la limite d'élasticité après T.T.M.H.T. reste supérieure à celle obtenue après T.T., pour les revenus effectués à 450 °C et 500 °C, alors que le phénomène inverse est constaté sur la dureté (v. fig. 31 et 32).

On voit donc que le T.T.M.H.T. produit une modification du processus de durcissement

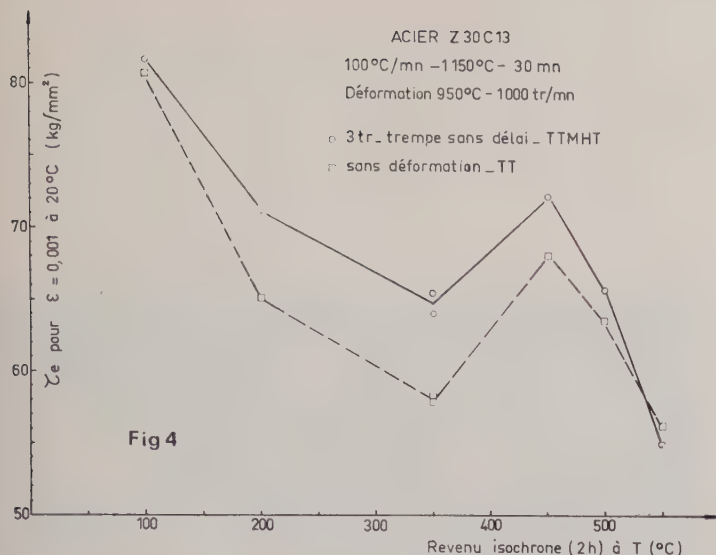


FIG. 31

Evolution de la limite élastique en cisaillement à 20 °C en fonction de la température de revenu.

par revenu : jusqu'à 400 °C (environ) la dureté après T.T.M.H.T. est plus élevée qu'après T.T., d'autre part, le « pic » de durcissement structural observable, après T.T., en dureté et limité d'élasticité, n'est observable qu'en limite d'élasticité après T.T.M.H.T.

Nous avons porté sur la figure 32 les résultats obtenus après un T.T.M.H.T. réalisé dans les conditions suivantes : températures d'austénitisation 1 150 °C, température de déformation 1 050 °C, quantité de déformation 2 tours, vitesse 1 000 tr/mn. Le maximum de contrainte à chaud à cette température et pour cette vitesse se situe aux environs de 2 tours. On voit réapparaître le même phénomène décrit plus haut après T.T.M.H.T. à 950 °C.

La nature de ce changement du durcissement par revenu n'a pas encore été étudiée. L'obtention d'une augmentation des caractéristiques mécaniques pour les basses températures de revenu semble liée au rôle joué par le carbone après T.T.M.H.T. et à la précipitation d'une plus faible quantité de cémentite (v. planche IV).

3.4. — DISCUSSION DES RÉSULTATS OBTENUS

3.4.1. - Question préliminaire

Tout d'abord on peut se poser une question de caractère général, relative au mode particulier de la sollicitation utilisée pour effec-

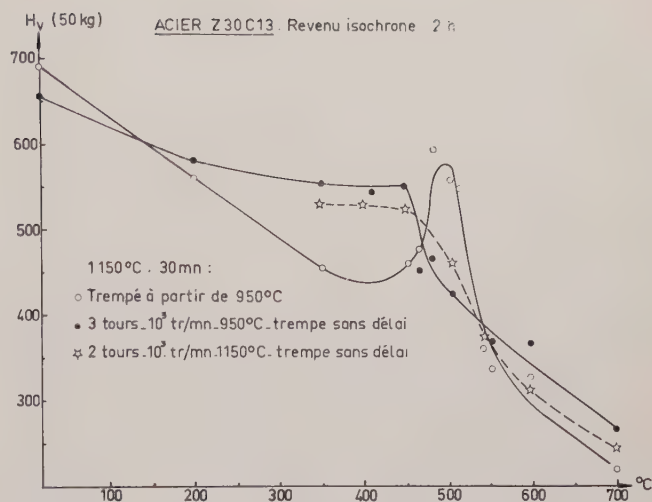


FIG. 32

Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu.

tuer la déformation plastique à haute température lors de la mise en œuvre du T.T.M.H.T. : quelle est la portée des résultats obtenus avec les essais de torsion à chaud ?

Pour répondre à cette question il faut rappeler que ce type d'essai (cf. chapitre II) n'est pas une simple reproduction à l'échelle du laboratoire d'un processus de mise en forme à chaud tel qu'on l'utilise dans la pratique industrielle courante. Son intérêt essentiel réside dans le fait qu'il permet un contrôle précis des paramètres caractéristiques de la déformation plastique à haute température. On peut ainsi effectuer des programmes de déformation prédéfinis parmi une gamme de possibilités bien plus large que celle permise par les outils industriels de formage à chaud.

En plus, le dispositif automatique de trempe nous a permis l'étude de l'influence de la déformation préalable de l'austénite sur les propriétés de la martensite obtenue, et ceci avec un contrôle rigoureux des phénomènes de recristallisation.

La séparation des multiples phénomènes métallurgiques mis en jeu lors du T.T.M.H.T. a été possible grâce à cette simplification du processus de déformation.

Ce travail n'a pas la prétention d'être exhaustif, ni de former un tout cohérent, puisque nous nous sommes limités à l'étude de quelques-uns des phénomènes observés. Notre but a été, en tout moment, d'essayer de relier

les observations faites sur les produits martensitiques avec le traitement subi par l'austénite avant la trempe.

3.4.2. - Le comportement à chaud des aciers

Le comportement à chaud des deux aciers étudiés est celui maintes fois observé pour les aciers du même type^{2, 26, 27}. Dans les conditions du formage à chaud², la déformation plastique de l'austénite produit un écrouissage susceptible de déclencher la recrystallisation pendant la déformation elle-même (recrystallisation dynamique). L'austénite peut recrystalliser aussi après l'arrêt de la déformation, pendant un séjour à haute température avant le refroidissement (fig. 10 et 12, planche I). L'évolution de la taille moyenne du grain pendant cette recrystallisation statique dépend de l'état d'écrouissage de l'austénite lors de l'arrêt de la déformation :

— si l'austénite a déjà recrystallisé pendant la déformation (planche I, repère D), la recrystallisation statique produit une augmentation de la taille moyenne du grain (fig. 12) ;

— si l'austénite n'a pas (ou peu) recrystallisé pendant la déformation (planche I, repère B), la recrystallisation statique produit une diminution de la taille moyenne du grain (fig. 12).

La séquence consolidation-recrystallisation (dynamique et / ou statique) est telle que l'on a pu obtenir des produits martensitiques provenant d'austénites avec différents états de consolidation (fig. 10), grâce au contrôle des phénomènes de recrystallisation.

3.4.3. - Structures

et propriétés des martensites non revenues

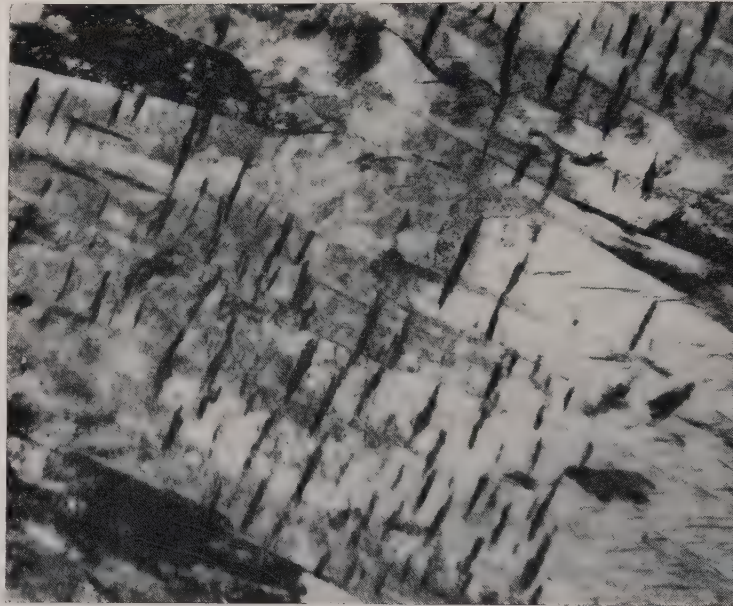
Les structures martensitiques obtenues reflètent très bien la progression de la recrystallisation (planche I, repères A', B', C' et D'). La finesse des structures martensitiques telle qu'on l'observe par microscopie optique est à relier avec l'affinage du grain produit par la recrystallisation dynamique. Les observations faites après recrystallisation statique, quoique non reportées ici, montrent aussi cette évolution parallèle de la taille des grains d'austénite et des plaquettes de martensite.

Les propriétés mécaniques des martensites obtenues par T.T.M.H.T. (fig. 13, 14 et 15) ne

PLANCHE IV

Acier Z 30 C 13

100 °C/mn - 1 150 °C - 30 mn - 950 °C - trempe eau
2 h à 350 °C.



a) Traitement thermique de référence (T.T.).



b) 3 tours à 1 000 tr/mn (T.T.M.H.T.).

Lames minces ($\times 27\,000$).

Faisceau électronique $\approx // (100)_a$.

peuvent pas s'expliquer en termes de taille de grain (fig. 14 et planche I). C'est un fait essentiel qu'il faut retenir et qui, d'après nos résultats et ceux déjà publiés, concernerait tous les produits martensitiques obtenus par T.T.M.H.T.

On doit donc chercher l'origine de l'amélioration des propriétés mécaniques à l'état non revenu, apportée par les T.T.M.H.T., parmi les modifications intragranulaires de la microstructure de la martensite produites par ces traitements.

Ces modifications diffèrent d'un acier à l'autre :

— Pour un acier à 0,3 % de carbone, faiblement allié au nickel (30 NC 11), la consolidation de l'austénite (fig. 35) produit une augmentation de la moyenne quadratique des distorsions du réseau martensitique (fig. 19).

— Les martensites obtenues par T.T.M.H.T. du deuxième acier étudié (0,3 % de carbone, environ 12 % de chrome, nuance Z 30 C 13) présentent, à l'état fraîchement trempé, un rapport de tétragonalité plus petit que celui obtenu après T.T. (fig. 29). La variation de la tétragonalité de la martensite en fonction du taux de déformation subi par l'austénite présente une corrélation nette avec l'état de consolidation de celle-ci au moment de la trempe : les martensites avec le plus faible rapport de tétragonalité sont celles obtenues à partir des austénites les plus consolidées.

L'augmentation de la moyenne quadratique des distorsions du réseau martensitique de l'acier 30 NC 11 est à rapprocher d'autres résultats déjà publiés^{35, 36, 55}. Il est prématuré d'affirmer qu'il existe un transfert réel des défauts de l'austénite déformée à la martensite, car il n'y a pas d'évidence directe de l'héritage de tel ou tel type de dislocations ou autre défaut. Il est certain que la recristallisation dynamique de l'austénite détruit en partie les défauts introduits par la déformation plastique et ceci est observable sur la courbe de la figure 19 : la moyenne quadratique des distorsions de la martensite portée en fonction de la quantité de déformation à chaud, présente un maximum et décroît pour les grandes déformations effectuées d'un seul coup, cette courbe présente la même allure que le couple et la contrainte subis par l'austénite à 900 °C (fig. 10 et 35).

La limite d'élasticité de ces martensites (fig. 14) présente une corrélation nette avec la quantité d'écrouissage hérité (fig. 19) : le maximum d'écrouissage hérité coïncide avec le maximum de limite d'élasticité à l'état

trempé. Cet écrouissage hérité produit le même effet sur la limite d'élasticité qu'un écrouissage à froid.

Les variations de tétragonalité ont été observées par analyse de Fourier du profil d'intensité pour le doublet (110) de la martensite. Nous avons calculé (annexe B) les teneurs en carbone, en solution solide interstitielle, dans les sites octaédriques « z », qui produiraient les tétragonalités observées. Ce calcul permet la détermination de la quantité de carbone ne contribuant pas à la tétragonalité à la suite des différents T.T.M.H.T. La quantité de carbone non interstitiel est en relation étroite avec l'état de consolidation de l'austénite au moment de la trempe (acier Z 30 C 13).

Il a été possible de préciser dans quel état se trouve ce carbone non interstitiel grâce aux observations dilatométriques et radiocristallographiques effectuées, respectivement, pendant et après le revenu. Ceci était nécessaire car les observations à l'état trempé fournissent seulement les variations de tétragonalité de la martensite : la question relative à la nature de la décomposition de la solution solide restait sans réponse.

Cet acier (Z 30 C 13) est très fragile à l'état trempé, et nous n'avons pas obtenu de résultats exploitables à partir des essais de torsion à l'ambiante, les éprouvettes sont cassées dans le domaine élastique. Nous ferons remarquer que la durée des martensites faiblement tétraogonales obtenues par T.T.M.H.T. est comparable à celle des martensites obtenues par T.T. (fig. 32). Les martensites obtenues par T.T. présentent une dureté croissante en fonction de la teneur en carbone ; ici, on a observé une diminution de 0,1 % du carbone en solution (3 tours) ; ceci devrait s'accompagner d'une chute d'environ 30 points Vickers. Le fait qu'il n'en est rien prouve que la décomposition de la solution solide produit un durcissement considérable.

3.4.4. - Le vieillissement à la température ambiante après T.T.M.H.T.

L'acier de nuance 30 NC 11 ne présente pas de précipitation ou ségrégation du carbone à l'état fraîchement trempé (fig. 17) ni après T.T., ni après les différents T.T.M.H.T. effectués. Par contre, une partie du carbone quitte les interstices octaédriques « z » du réseau martensitique lors d'un séjour prolongé (de l'ordre de huit mois) à l'ambiante. L'amplitude de cette décomposition de la solution solide est en relation étroite (fig. 17) avec la quantité d'écrouissage héritée après

T.T.M.H.T. Cet écrouissage hérité serait très effectif pour le piégeage du carbone. La nature exacte de ce processus n'a pas pu être identifiée.

3.4.5. - Structures et propriétés des martensites revenues

Après les différents revenus effectués sur l'acier 30 NC 11 * aux températures comprises entre 80 °C et 350 °C, on a toujours observé de la cémentite. Le T.T.M.H.T. ne change pas la nature du précipité de revenu, il modifie la taille et la répartition des précipités (planches II et III). Pour les cycles dilatométriques de revenu (jusqu'à 300 °C et maintien 2 h), la quantité totale de contraction est, aux erreurs de mesure près, indépendante du traitement préalable (T.T. ou T.T.M.H.T.).

La dispersion des précipités de cémentite est augmentée par le T.T.M.H.T. (planche III, fig. a et b) et le grossissement des particules se trouve ralenti (à revenu égal). Reste à savoir par quel mécanisme ceci a lieu et quelle relation il y a entre l'écrouissage hérité, la distribution et la taille des précipités. Ceci serait peut-être observable sur lames minces.

Les mesures de tétragonalité faites avant et après revenu sur les martensites de l'acier Z 30 C 13 issues des différents T.T.M.H.T. prouvent que le carbone, qui ne contribue pas à la tétragonalité à l'état trempé après T.T.M.H.T., n'a pas précipité sous forme de carbures stables à 300 °C. Pour expliquer les contractions dilatométriques observées (fig. 30), il faut faire intervenir une quantité de carbone plus grande que celle déduite de la variation de tétragonalité due au revenu (fig. 29). Le carbone non interstitiel contribue donc à la formation de cémentite pendant le revenu. Pour cet acier, la fraction volumique précipitée lors du revenu dépend du T.T.M.H.T. effectué (fig. 30) : la contraction dilatométrique présente un minimum pour les déformations comprises entre 3 et 4 tours. On observe ici la liaison qu'il y a entre la fraction volumique précipitée lors du revenu et le comportement à chaud de l'austénite. Le maximum de contrainte à chaud correspond, après revenu, au minimum de contraction dilatométrique.

Cette variation de la fraction volumique est visible, bien que qualitativement, par microscopie électronique (planche IV).

L'explication des améliorations des propriétés mécaniques obtenues par T.T.M.H.T. n'est pas simple :

— Pour l'acier 30 NC 11, le changement de la taille et de la distribution des précipités de revenu s'accompagne d'une augmentation de la limite élastique et d'une amélioration de l'aptitude à la déformation répartie (ductilité). En général, les traitements des aciers sont conduits de façon à réussir un compromis entre les caractéristiques de résistance et celles de déformabilité sans rupture car l'amélioration des premières se fait presque toujours au détriment des secondes. L'amélioration des deux types de propriétés à la fois est un fait caractéristique très souvent observé après T.T.M.H.T. suivi de revenu. L'explication de ce fait reste néanmoins incomplète.

— Pour l'acier Z 30 C 13, le carbone non interstitiel a un effet durcissant (fig. 31 et 32). La diminution de la fraction volumique précipitée (vers 300 °C et 350 °C) s'accompagne d'un durcissement considérable. L'effet du T.T.M.H.T. se fait sentir même aux températures du durcissement secondaire. La précipitation pendant ce stade-là n'a pas encore été étudiée.

3.5. — CONCLUSIONS

Ce travail avait à l'origine un double but. On visait l'obtention d'une meilleure connaissance du rôle spécifique des paramètres caractéristiques du cycle de T.T.M.H.T. En même temps, on poursuivait l'étude des microstructures et propriétés des produits obtenus par T.T.M.H.T. On espérait pouvoir préciser ainsi les mécanismes par lesquels se manifeste l'hérédité dont il est souvent question dans les travaux relatifs au T.T.M.H.T.

L'étude de l'influence des paramètres caractéristiques du T.T.M.H.T. s'est limitée ici au rôle de la quantité de déformation subie par l'austénite à vitesse et température de déformation constantes. Dans certains cas, on a étudié l'influence d'un temps de maintien à la température de déformation après l'arrêt de celle-ci et avant la trempe. La trempe est du type martensitique afin de pouvoir comparer les propriétés et structures obtenues avec celles produites lors du traitement classique de trempe et revenu préconisé pour ce type d'aciers.

* Non vieilli à l'ambiante.

Nous explicitons dans les deux paragraphes suivants les conclusions à retenir :

- sur les mécanismes mis en évidence;
- sur les conséquences pratiques des résultats obtenus.

3.5.1. - Sur les mécanismes mis en évidence

Pendant la déformation à chaud, la séquence consolidation-recristallisation dynamique se présente suivant le schéma, déjà classique, mis en évidence par Rossard et Blain pour ce type d'aciers : lors d'une déformation à vitesse et température constantes, la contrainte subie par l'austénite croît, passe par un maximum, décroît et se stabilise à une valeur constante pour les grandes déformations (fig. 35).

La diminution de la taille des plaquettes de martensite est liée à l'affinage du grain austénitique produit par la recristallisation dynamique (planche I). La recristallisation statique peut produire soit un affinage par rapport au grain de départ, soit un grossissement du grain (γ et α) selon l'état de consolidation de l'austénite à l'arrêt de la déformation (fig. 12).

L'amélioration des propriétés mécaniques à l'état trempé et non revenu est à relier avec les modifications de la microstructure de la martensite autres que la taille du grain.

Ces modifications de la microstructure de la martensite, produites par la consolidation de l'austénite avant trempe, sont sensibles aux processus de recristallisation de celle-ci.

La recristallisation, soit statique, soit dynamique, peut effacer d'une façon partielle ou même totale (cas de la recristallisation statique) la consolidation de l'austénite produite par la déformation plastique à haute température (fig. 13 et 14).

La nature des modifications de la microstructure martensitique produite par le T.T.M.H.T. varie d'un acier à l'autre. Les modifications de la microstructure à l'état trempé ont une influence sur le comportement de l'acier au revenu (fig. 23, 31, 32).

α) Pour un acier faiblement allié au nickel, la consolidation préalable de l'austénite produit une augmentation de la moyenne quadratique des distorsions du réseau martensitique. Le carbone se trouve en solution solide après T.T.M.H.T., mais cette solution solide est instable à la température ambiante (fig. 17, 18, 19). Pendant le revenu, effectué sur des

échantillons non vieillis à l'ambiante, le T.T.M.H.T. produit une plus grande dispersion des particules de carbure précipitées. A revenu égal, leur taille est plus petite après T.T.M.H.T. Cet effet est maximal pour la martensite provenant de l'austénite la plus consolidée. La fraction volumique de cémentite précipitée ne semble pas modifiée par le T.T.M.H.T. Pour les revenus à 450-550 °C, les sorbitites produites après T.T.M.H.T. sont plus fines.

Il est trop tôt pour affirmer que cette différence de distribution et de taille des précipités de revenu est produite par l'écrouissage hérité. Les observations par microscopie électronique sur lames minces sont nécessaires afin d'éclaircir ce point. Pour établir une relation entre la modification de la précipitation et l'amélioration des propriétés mécaniques après revenu, il est nécessaire d'effectuer des essais de traction. Ceci sera possible une fois réalisés les T.T.M.H.T. de cet acier par laminage, ce qui permettra le prélèvement des éprouvettes nécessaires.

b) Pour un acier allié au chrome, la consolidation préalable de l'austénite produit une diminution de la tétragonalité de la martensite (fig. 29). La taille moyenne des domaines cohérents et la moyenne quadratique des distorsions du réseau n'ont pas été encore calculées.

Les martensites obtenues par T.T.M.H.T. pour cet acier présentent une partie du carbone hors des sites interstitiels habituels. Les observations faites après revenu montrent que ce carbone non interstitiel est susceptible de précipiter sous forme de cémentite à 300 °C. Ce carbone ne se trouve pas sous forme de carbures stables après trempe. Il pourrait plutôt se trouver sous forme d'amas (atmosphères) hérités dans la martensite et produits dans l'austénite par la déformation plastique. Car on a vu que la recristallisation dynamique est susceptible de les redissoudre en partie.

Ce mécanisme de formation d'atmosphères, dans un acier allié au chrome, pendant la déformation plastique de l'austénite est susceptible d'expliquer aussi les phénomènes observés lors du traitement de cet acier par austéniformage¹⁵.

La présence de ces amas de carbone et de chrome dans la martensite expliquerait la diminution de la fraction volumique de cémentite précipitée, à 300 °C, après T.T.M.H.T. (fig. 30) et après T.T.M.B.T.¹⁵.

Cette modification de la précipitation de revenu après T.T.M.H.T. est sensible aussi dans

le domaine des températures de revenu pour lesquelles le durcissement secondaire a lieu (fig. 31 et 32). La précipitation de revenu dans ce domaine n'a pas été étudiée après T.T.M.H.T.

3.5.2. - Sur les conséquences pratiques des résultats obtenus

Bien que ces essais aient été effectués dans le cadre d'une étude de base, sans application directe envisagée, on peut faire un certain nombre de remarques sur la façon d'envisager des essais à l'échelle pilote.

Si l'on regarde du côté des développements futurs, il faut retenir le fait essentiel suivant : le cycle de T.T.M.H.T. optimal, pour des conditions de température et vitesse de déformation données, est celui qui amène l'austénite au maximum de consolidation à chaud. A ce moment-là, un refroidissement rapide doit intervenir pour minimiser la recristallisation, tout au moins pour les aciers à caractère trempant.

Ceci pose deux sortes de problèmes :

1° *Les problèmes concernant la réalisation du programme de déformation.* Celui-ci comporte en général plusieurs déformations successives (cas du laminage ou du forgeage par exemple). Dans l'optique du T.T.M.H.T., ces passes doivent être effectuées de façon que leur effet soit en quelque sorte additif. On peut prévoir une suite de passes à température décroissantes du genre de celles pratiquées lors du laminage programmé. Les dernières passes seront réalisées dans des

conditions favorables pour l'obtention de l'écroutissage souhaité dans l'austénite.

2° *Les problèmes posés par le refroidissement accéléré après déformation.* La vitesse de ce refroidissement doit être déterminée selon le type d'acier et la structure finale désirée. Notre étude s'est bornée au cas d'une trempe martensitique, mais rien n'empêche d'étendre ce genre de traitements à d'autres nuances d'acier.

Pour le refroidissement rapide de pièces de forte épaisseur, les gradients de température sont si importants qu'il est presque impossible d'empêcher totalement la recristallisation à cœur. Pour contrôler cette recristallisation, l'addition d'éléments retardateurs de celle-ci (Nb, V, Mo) serait souhaitable. La présence de faibles additions de ces éléments pourrait rendre aussi plus aisée la réalisation d'un programme de passes. Ces éléments, en retardant la recristallisation entre passes, seraient utiles pour rendre additif l'effet d'écroutissage de celles-ci.

Dans tous les cas, la réalisation du T.T.M.H.T. soit par laminage ou par tout autre mode de déformation ne saurait se passer des essais de simulation par torsion, ne serait-ce que pour la détermination des contraintes mises en jeu et pour une connaissance précise des phénomènes de recristallisation et consolidation de l'austénite.

De ce point de vue, les résultats obtenus sur la déformation de l'austénite pour ces deux nuances sont directement et à coup sûr extrapolables à d'autres nuances d'aciers de construction. Les phénomènes d'héritage seront à préciser pour les divers types d'acier.

ANNEXE A

La déformation plastique à haute température

Contraintes et déformations

A1. — INTRODUCTION

Les caractères généraux des déformations dont il sera question ici sont ceux rencontrés lors des opérations usuelles de formage à chaud. La déformation est du type « à chaud » lorsque la restauration et la recristallisation peuvent s'opposer à l'écroutissage (cf. chap. I).

Au cours d'une opération de formage à chaud, la résistance que le métal oppose à la déformation varie suivant l'amplitude et les conditions de la déformation. Il se produit parallèlement des modifications structurales. *En analysant les phénomènes de plus près, on constate que le comportement mécanique des métaux, que l'on peut décrire en termes*

de contraintes et de déformation, est étroitement lié à leur évolution structurale, qu'il reflète* (cf. § 3.2). Ces deux questions constituent donc les deux parties d'un même chapitre de la métallurgie appliquée.

La résistance qu'oppose un métal à la déformation plastique à laquelle il est soumis se traduit par des sollicitations mécaniques sur les organes des machines mises en œuvre dans l'opération de formage considérée. S'il s'agit, par exemple, du laminage, ces sollicitations se traduisent par une force et un couple qu'il est assez naturel de prendre comme mesure pratique de la résistance à la déformation du métal que l'on travaille. Cependant, cette notion pratique de résistance à la déformation est à la fois imprécise et ambiguë, car elle fait intervenir le mode et les conditions de la déformation, et par conséquent ne caractérise pas le métal de manière intrinsèque. Il faut pour cette raison la rejeter.

La définition d'une grandeur physique caractérisant de manière intrinsèque le métal du point de vue de son comportement mécanique en cours de déformation plastique et l'établissement de la relation entre les contraintes dans laquelle intervient cette grandeur fait appel à des notions de plasticité que nous supposons connues du lecteur.

A2. — PRINCIPE D'ÉQUIVALENCE **

Examinons le premier problème de plasticité qui se pose : il s'agit de déterminer à partir de quel niveau de sollicitation, évaluée en un point P du solide, la déformation plastique commence.

On établit, en théorie de la plasticité, que la déformation plastique commence *** quand une certaine fonction des six composantes du tenseur des contraintes, appelée *contrainte généralisée*, atteint une valeur critique. La forme explicite de cette fonction dépend du *critère de plasticité* choisi. Il existe plusieurs

critères connus par le nom de ceux qui les proposèrent : on parle ainsi du critère de Tresca (ou du cisaillement maximal) ou du critère de Von Mises (ou de l'énergie plastique emmagasinée).

Nous allons rappeler brièvement le cadre formel (ou thermodynamique) dans lequel ces critères trouvent leur justification en tant que variantes d'une même formulation thermodynamique.

A2.1. - Postulat thermodynamique de Drucker

Soit un espace à neuf dimensions dont les points ont pour coordonnées les composantes σ_{ij} : c'est l'espace des états de contrainte. Un critère de plasticité s'exprime alors en disant : il existe une surface, dite *surface de charge*, qui sépare deux régions simplement connexes de l'espace. La région « intérieure » contient les points représentatifs des états de contrainte du domaine élastique. La région « extérieure » contient les points représentatifs des états de contrainte du domaine plastique.

Les différents critères correspondent à différents choix de la fonction de charge, F , qui sert à définir la surface de charge $F = 0$.

Il faut noter tout de suite que la déformation d'un matériau écrouissable change, en général, la surface de charge dans sa forme et sa position dans l'espace des états de contrainte. Autrement dit, F est non seulement fonction des six σ_{ij} , mais aussi de l'« histoire mécanique » précédente du métal caractérisée par les déformations déjà subies et par leur loi de variation dans l'espace (du solide) et dans le temps.

Considérons un état de contrainte $\sigma_{ik}^{(0)}$ du domaine élastique (Voir figure 33).

Imaginons alors qu'un dispositif externe amène le matériau, en un point donné, à un état de contrainte limite $\sigma_{ik}^{(lim)}$ appartenant à la surface $F = 0$. Pendant cette transformation ont seulement pris naissance des changements élastiques, complètement réversibles par définition. Supposons maintenant que le dispositif externe produise un accroissement très faible de l'état de contrainte $\delta \sigma_{ik}$, tel que l'accroissement de la déformation totale (actuelle et locale, « au point P ») soit $(\delta \epsilon)_{ik}$. Une partie de cette déformation est élastique

* Voir note à la fin de l'annexe.

** Les formules de ce paragraphe impliquent la convention d'Einstein sur la sommation des indices répétés.

*** N. B. : au point P.

et si l'on s'en tient au cas d'un solide isotrope on peut écrire :

$$(\delta \varepsilon)_{ik}^{(e)} = \frac{1 + \nu^{(e)} \text{ actuel}}{E} \delta \sigma_{ik} - \frac{3 \cdot \delta \sigma_m \cdot \nu^{(e)}}{E} \delta_{ik} \quad (\text{A } 1)$$

où

$\nu^{(e)}$ est le coefficient de Poisson *conventionnel* élastique;

E est le module de Young;

$\nu^{(e)}$ _{actuel} est le coefficient de Poisson *actuel* élastique.

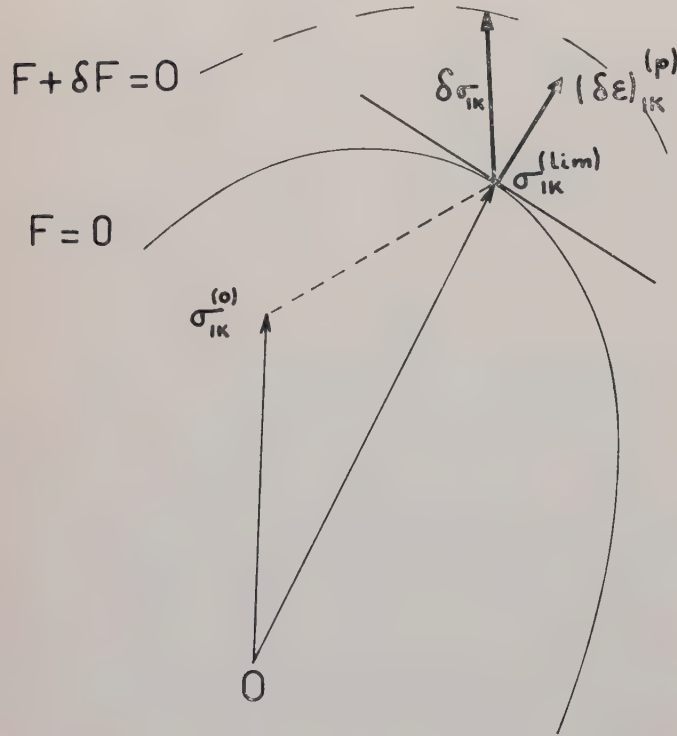


FIG. 33

L'autre partie de la déformation est la déformation plastique $(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$:

$$(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} = (\delta \varepsilon)_{ik} - (\delta \varepsilon)_{ik}^{(e)} \quad (\text{A } 2)$$

Cette déformation plastique produit à son tour un déplacement élémentaire de la surface de charge :

$$F = 0 \text{ devient } F + \delta F = 0$$

En supprimant l'accroissement de contrainte et en retournant à l'état initial $\sigma_{ik}^{(o)}$ le long

d'un chemin élastique (par rapport à $F + \delta F = 0$), toute l'énergie élastique sera récupérée par le dispositif extérieur et seulement le travail des contraintes sur la déformation plastique résiduelle sera différent de zéro.

Le postulat thermodynamique de Drucker s'exprime alors ainsi :

$$\delta W = (\sigma_{ik}^{(lim)} - \sigma_{ik}^{(o)}) + \delta \sigma_{ik} (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} \geq 0 \quad (\text{A } 3)$$

De ce postulat on déduit un certain nombre de propriétés de la surface de charge et des vecteurs représentatifs de $\delta \sigma_{ik}$ et $(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$ dans l'espace des états de contrainte.

a) Les vecteurs $\delta \sigma_{ik}$ et $(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$ « forment un angle aigu » par analogie avec le cas Euclidien). En effet : $\sigma_{ik}^{(o)}$ étant arbitrairement choisi dans le domaine élastique, supposons $\sigma_{ik}^{(o)} = \sigma_{ik}^{(lim)}$.

D'après (A 3), on doit avoir :

$$\delta \sigma_{ik} \cdot (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} \geq 0 \quad (\text{A } 3 a)$$

Ce qui exprime le fait que le cosinus de l'angle défini par les deux vecteurs est ≥ 0 .

b) Le vecteur $(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$ est perpendiculaire au plan tangent à la surface de charge $F = 0$ au point défini par les $\sigma_{ik}^{(lim)}$.

c) La surface $F = 0$ délimite un volume « intérieur » convexe.

Ces deux énoncés sont la conséquence directe de (A 3) si l'on tient compte du fait suivant :

— le produit $(\sigma_{ik}^{(lim)} - \sigma_{ik}^{(o)}) (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$ garde un signe constant pour des σ_{ik} , $\delta \sigma_{ik}$ et $(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$, donnés, $\sigma_{ik}^{(o)}$ variant. Puisque ce produit peut être très grand en module vis-à-vis du module du produit $\delta \sigma_{ik} (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$, l'inégalité (A 3), compte tenu de (A 3 a) n'est vérifiée que si :

$$(\sigma_{ik}^{(lim)} - \sigma_{ik}^{(o)}) (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} \geq 0 \quad (\text{A } 3 b)$$

Choisissons alors le « point » π pour $\sigma_{ik}^{(lim)}$ tel que celui représenté sur la figure suivante et posons successivement $\sigma_{ik}^{(o)}$ dans le « plan » tangent à $F = 0$ au « point » π , soit :

$$\sigma_{ik}^{(o)} = \sigma_{ik}^{(lim)} \pm d \sigma_{ik}$$

(A 3 b) ne peut être vérifié que si :

$$d \sigma_{ik} \cdot (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} = 0 \quad (\text{A } 3 c)$$

C'est la *loi de normalité* : le vecteur $(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$ est perpendiculaire au plan tangent à la surface de charge en π . La relation (A 3 a) implique alors que le vecteur $\delta \varepsilon_{ik}^{(p)}$ est dirigé vers l'extérieur de la surface de charge comme le vecteur $\delta \sigma_{ik}$. La relation (A 3 b) exprime alors la *loi de convexité* donnée par b), ce qui fait que la figure 34 représente une situation impossible.

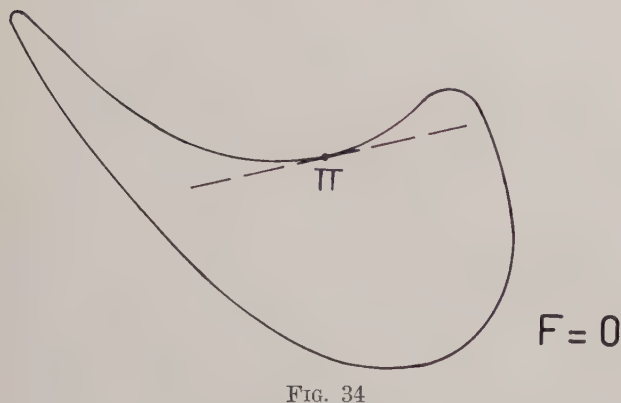


FIG. 34

La loi de normalité fournit l'expression suivante pour $(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)}$:

$$(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} = \frac{\delta F}{\partial \sigma_{ik}} d\lambda \quad (A 4)$$

($d\lambda > 0$)

où $d\lambda$ est un facteur de proportionnalité qui peut dépendre de σ_{ik} , $\delta \sigma_{ik}$ et de l'histoire de l'écroutissage préalable, telle qu'elle a été caractérisée plus haut.

La déformation actuelle totale est donnée par (A 1) et (A 4) :

$$(\delta \varepsilon)_{ik} = (\delta \varepsilon)_{ik}^{(e)} + (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} \quad (A 5)$$

A2.2. - Contrainte et déformation équivalentes

Le critère d'écoulement concerne le début de la déformation plastique, mais c'est évidemment ce qui se passe pendant la déformation plastique qui est le plus intéressant* : l'introduction de la contrainte et de la déformation équivalentes (voir sa définition plus loin) permettent précisément la description d'une manière invariante**.

Lors d'un acte élémentaire de déformation, le travail de déformation plastique par unité de volume s'exprime par

$$\delta W = \sigma_{ik} (\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} \quad (A 6)$$

Nous posons :

$$\delta W = \sigma^* \cdot (\delta \varepsilon)^* \quad (A 6 a)$$

où

σ^* = contrainte équivalente;

$(\delta \varepsilon)^*$ = déformation équivalente.

D'après (A 4), (A 6) et (A 6 a), il vient que :

$$(\delta \varepsilon)_{ik}^{(p)} = \frac{\sigma^* \cdot \varepsilon^*}{\sigma_{nr.} \frac{\partial F}{\partial \sigma_{nm}}} \cdot \frac{\partial F}{\partial \sigma_{ik}} \quad (A 7)$$

Si l'on connaît σ^* et δW l'équation (6 a) permet la détermination de $(\delta \varepsilon)^*$.

Le critère dit de Von Mises revient à choisir :

$$F = J_2 - k \quad (A 8)$$

avec : J_2 = deuxième invariant du tenseur-déviateur des contraintes;

k = une fonction qui ne dépend que de l'écroutissage du matériau.

Dans ce cas, on pose :

$$(\sigma^*)^2 = 3 J_2 \quad (A 8 a)$$

et :

$$[(\delta \varepsilon)^*]^2 = \frac{4}{3} J'_2 \quad (A 8 b)$$

où J'_2 est le deuxième invariant du tenseur-déviateur des déformations actuelles.

Nous venons ainsi de définir la contrainte (généralisée) équivalente σ^* et la déformation actuelle (généralisée) équivalente $(\delta \varepsilon)^*$ qui, suivant les hypothèses émises, mesurent respectivement le niveau de sollicitation et l'amplitude de la déformation actuelle.

Les notions de contrainte généralisée équivalente et de déformation généralisée équivalente trouvent tout leur intérêt dans le principe d'équivalence énoncé au chapitre II, § 2.2.

* Du point de vue du contrôle du formage à chaud.

** Autrement dit, indépendante du mode de déformation employé (distribution des sollicitations).

A2.3. - Equivalence torsion-laminage (cf. § 2.3.1)

L'équivalence établie entre la zone périphérique de l'éprouvette de torsion de rayon R et de longueur L et la section droite de la barre d'épaisseur y , conduisent aux expressions suivantes pour σ^* et ε^* d'après le critère de Von Mises (A 8) :

Comment utiliser la formule (A 9) ? Il faut bien voir qu'elle permet de calculer la contrainte de cisaillement τ_R à la surface de l'éprouvette tout au long d'essais de torsion isothermes.

Posons

$$n = \frac{\partial \text{Log } \Gamma}{\partial \text{Log } \alpha_u} \quad (\text{A } 9 \text{ a}) \quad m = \frac{\partial \text{Log } \Gamma}{\partial \text{Log } \alpha_u} \quad (\text{A } 9 \text{ b})$$

	TORSION	LAMINAGE	
ε^*	$\frac{1}{\sqrt{3}} R \alpha_u$	$\frac{2}{\sqrt{3}} \log \frac{1}{1 - \rho}$	(avec $\rho = \frac{H - y}{H}$)
$\dot{\varepsilon}^*$	$\frac{1}{\sqrt{3}} R \frac{d\alpha_u}{dt}$	$\frac{4 R \omega h \varphi}{\sqrt{3} (h + R \varphi^2)^2 \cos \varphi}$	(*)
σ	$\sqrt{3} \tau_R$	$\frac{2}{\sqrt{3}} (q - p)$	

* Dans cette expression la vitesse de déformation généralisée (en laminage) est exprimée en fonction de l'angle φ repérant la section droite d'épaisseur y , de l'épaisseur de sortie h , du rayon de l'arc de contact

R et de la vitesse angulaire ω des cylindres. On fait l'approximation : $y \simeq h + R \varphi^2$ et on néglige le glissement en avant.

où τ_R est la contrainte de cisaillement à la périphérie de l'éprouvette de torsion, q et p la plus grande et la plus petite des contraintes normales lors du laminage sans élargissement.

A3. — CALCUL DE LA CONTRAINTE DE CISAILLEMENT A LA PÉRIPHÉRIE LORS D'UN ESSAI DE TORSION A CHAUD (application aux deux aciers étudiés)

Nous avons déjà dit quel type de renseignements on peut tirer de l'essai de torsion à chaud (cf. chapitre II, § 3.1 et § 3.2). La contrainte que subit l'austénite à la périphérie de l'éprouvette de torsion peut être calculée grâce à la formule suivante :

$$\tau_R = \frac{\Gamma}{2 \pi R^3} \left(3 + \frac{\partial \text{Log } \Gamma}{\partial \text{Log } \alpha_u} + \frac{\partial \text{Log } \Gamma}{\partial \text{Log } \alpha_u} \right) (*) \quad (\text{A } 9)$$

* Le calcul de cette relation a été développé dans :
— C. ROSSARD. — « Contribution à l'étude de la déformation plastique à chaud des aciers ». Thèse de Doctorat ès Sciences Physiques, Paris, 1960.
— D. S. FIELDS et W. A. BACKOFEN. — Proceedings of ASTM (1957), 37, p. 1259.

Considérons un essai de torsion isotherme effectué sur une éprouvette cylindrique de rayon R et de longueur utile L et cherchons la valeur τ_R à un stade de la torsion défini par la valeur $(\alpha_u)_0$ de l'angle de torsion. Cet essai était réalisé à vitesse rationnelle constante $(\dot{\alpha}_u)_0$.

Comment calculer m et n ?

Pour le coefficient n il faut faire une série d'essais de torsion à la même température avec des éprouvettes identiques et à des vitesses de torsion α_u différentes. On reportera sur un graphique à échelle logarithmique les valeurs que prend le couple pour $\alpha_u = (\alpha_u)_0$ en fonction de la vitesse de torsion α_u . La pente de la tangente à cette courbe au point d'abscisse $(\alpha_u)_0$ a pour valeur n .

Pour le coefficient m , il suffit de faire un seul essai toujours à la même température, avec le même type d'éprouvette et à la vitesse de torsion $(\alpha_u)_0$. La pente de la courbe obtenue en reportant sur un graphique à échelle logarithmique Γ en fonction de α_u , au point d'abscisse $(\alpha_u)_0$, a pour valeur m .

Nous avons porté sur la figure 35 les courbes contrainte de cisaillement, τ_R , nombre de

tours, N , calculées pour les deux aciers étudiés. Elles ont été établies point par point à partir des courbes enregistrées (voir fig. n°s 10, 11) dans des conditions de réalisation des

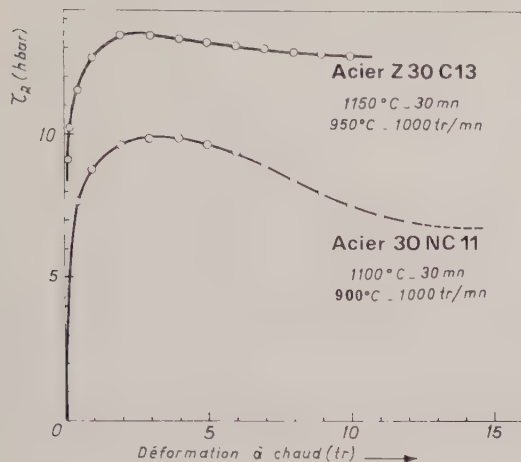


FIG. 35

Courbes contrainte-déformation calculées à partir des courbes couple-déformation.

T.T.M.H.T., d'une part, et des courbes analogues obtenues à la vitesse de 10 tr/mn, à la même température, d'autre part. La précision sur m et n s'avère suffisante et il est superflu, dans ces conditions, d'établir une famille complète de courbes $\Gamma = \Gamma(T, \alpha_u, \alpha_v)$ pour le calcul de $\tau_R = \tau_R(\Gamma, \alpha_u)$.

NOTA. — Pour une bibliographie assez complète à ce sujet, ainsi qu'une introduction au comportement à chaud des aciers, on peut se référer à :

— « Comportement mécanique et métallurgique des aciers au cours de la déformation à chaud. » C. ROSSARD et B. FAZAN. Cahiers du CESSID (1968). Berger-Levrault, imprimeur-éditeur (Nancy, Paris, Strasbourg).

Pour une introduction au formalisme mathématique des théories de la plasticité on peut se référer à :

— « Introduction à la plasticité ». J. BAHUAUD et M. BOIVIN, dans « Traitements thermomécaniques des aciers ». Recueil des conférences données à l'occasion de la Session de Perfectionnement pour Ingénieurs - CAST - INSA, Lyon (juillet 1950).

ANNEXE B

Calcul de la quadraticité de la martensite à partir du profil d'intensité de la raie (110)

B1. — INTRODUCTION

Pour relier l'intensité diffractée par l'échantillon au profil physique de la raie il faut tenir compte de plusieurs phénomènes :

— Le dispositif instrumental introduit un élargissement et une déformation du profil, à cause du polychromatisme du rayonnement, de l'astigmatisme du montage, de l'étendue de la source, etc ;

— Dans le cas d'une structure cristalline légèrement quadratique (cas des martensites au carbone), le dédoublement des raies en plu-

sieurs composantes produit un élargissement et une dissymétrie du profil ;

— La grandeur mesurée expérimentalement est la variation de la puissance diffractée, P , en fonction de l'angle de diffraction, 2θ . La relation entre $I(\vec{s}, \vec{g})$ et $P(2\theta)$ dépend du montage utilisé.

Par la suite nous exposons quelques développements mathématiques de base, la méthode de dépouillement des enregistrements et finalement une estimation des erreurs et limites de cette méthode, en ce qui concerne le dosage du carbone en solution interstitielle.

B2. — LE MODÈLE MATHÉMATIQUE

a) ELARGISSEMENT DU AU DISPOSITIF EXPERIMENTAL.

Pour un raie de diffraction donnée (g fixe), soit :

$h(s)$, profil enregistré;

$g(s)$, élargissement instrumental;

$f(s)$, profil physique de la raie.

Ces trois fonctions sont mesurables par des méthodes différentes :

- $h(s)$ est *directement mesurable* (v. fig. 8);

— $g(s)$ est supposé être représenté par le profil enregistré pour un échantillon recuit (aussi parfait que possible) (v. fig. 8).

— $f(s)$ est obtenu ar déconvolution de l'expression de $h(s)$ en fonction de $g(s)$ et $f(s)$:

$$h(\bar{s}) = \int f(s) g(\bar{s} - s) ds \quad (B\ 1)$$

La déconvolution est aisément obtenue sur les transformées de Fourier, car on a (Stockes) :

$$\Phi(t) = \frac{H(t)}{G(t)} \quad (B\ 2)$$

ou :

$\Phi(t)$, $H(t)$ et $G(t)$ sont les transformées de $f(s)$, $h(s)$ et $g(s)$.

Ce qui vient d'être exposé ne perd pas de sa généralité du fait que l'analyse à une dimension : s est l'écart angulaire par rapport à l'angle de Bragg, mesuré selon le plan du cercle du goniomètre (v. fig. 7).

b) GEOMETRIE DU DOUBLET 110 DE LA MARTENSITE.

Du fait de la présence du carbone en solution solide interstitielle, la maille élémentaire de la martensite est légèrement quadratique ($c/a > 1$).

Le profil physique de la raie (110) résulte alors de la superposition de deux composantes (v. fig. 36) :

— Composante G_1 due aux réflexions sur les plans du type (110);

— Composante G_2 due aux réflexions sur les plans du type (011) et (101).

Les intensités relatives de ces composantes sont respectivement égales à $1/3$ et $2/3$.

On fait l'hypothèse que les deux composantes sont symétriques et de même forme (gaussienne), $f(s)$. Le centre de gravité du doublet G est situé alors sur le point θ_0 , moyenne barycentrique des points représentatifs des deux composantes G_1 et G_2 (θ_1 et θ_2), avec les poids respectifs $1/3$ et $2/3$.

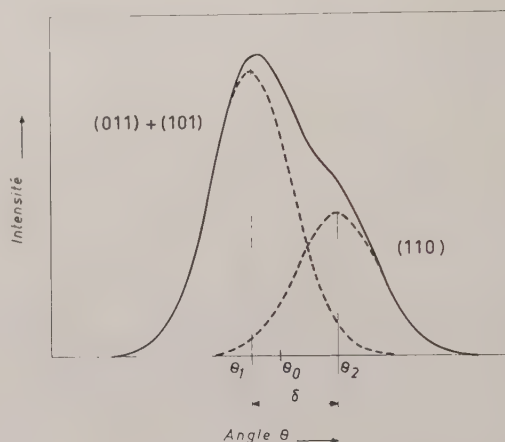


FIG. 36

Représentation schématique de la raie (110) d'une martensite faiblement tétragonale.

En prenant θ_0 comme origine, la relation de convolution (B 1) pour ce doublet, s'écrit :

$$h(s) = \frac{1}{3} \int_{-\infty}^{\infty} f\left(\xi - \frac{2}{3}\delta\right) g(s - \xi) d\xi + \frac{2}{3} \int_{-\infty}^{\infty} f\left(\xi + \frac{1}{3}\delta\right) g(s - \xi) d\xi \quad (B\ 3)$$

où δ est l'écart angulaire, en 2θ , entre les centres de gravité de G_1 et G_2 .

La transformée de Fourier de (B 3) est :

$$H(t) = \frac{1}{3} \Phi(t) G(t) \exp\left\{-\frac{4}{3}\pi i t \delta\right\} + \frac{2}{3} \Phi(t) G(t) \exp\left\{\frac{4}{3}\pi i t \delta\right\} \quad (B\ 4)$$

Si l'on définit les fonctions complexes :

$$\rho_1 \exp \{ i \varphi_1 \} = \frac{H(t)}{G(t)} \quad (\text{B } 5 \text{ a})$$

$$\rho_2 \exp \{ i \varphi_2 \} = \exp \left\{ -\frac{4}{3} \pi i t \delta \right\} + 2 \exp \left\{ \frac{4}{3} \pi i t \delta \right\} \quad (\text{B } 5 \text{ b})$$

La fonction $\Phi(t)$ a pour expression :

$$\Phi(t) = 3 \frac{\rho_1}{\rho_2} \exp \{ i (\varphi_1 - \varphi_2) \} \quad (\text{B } 6)$$

Le module et l'argument de l'expression (B 5 b) peuvent s'écrire sous la forme :

$$\operatorname{tg} \varphi_2 = \frac{2 \sin x - \sin 2x}{2 \cos x + \cos 2x} \quad (\text{B } 7 \text{ a})$$

$$(\rho_2)^2 = 5 + 4 (4 \cos^2 x - 3) \cos x \quad (\text{B } 7 \text{ b})$$

où

$$x = 2 \pi t \delta / 3 \quad (\text{B } 8)$$

Compte tenu de l'hypothèse que nous avons faite ($f(s)$ symétrique), la fonction $\Phi(t)$ est réelle, ce qui entraîne, d'après l'expression (B 6) $\varphi_1 = \varphi_2$. Nous posons donc :

$$\varphi = \varphi_1 = \varphi_2$$

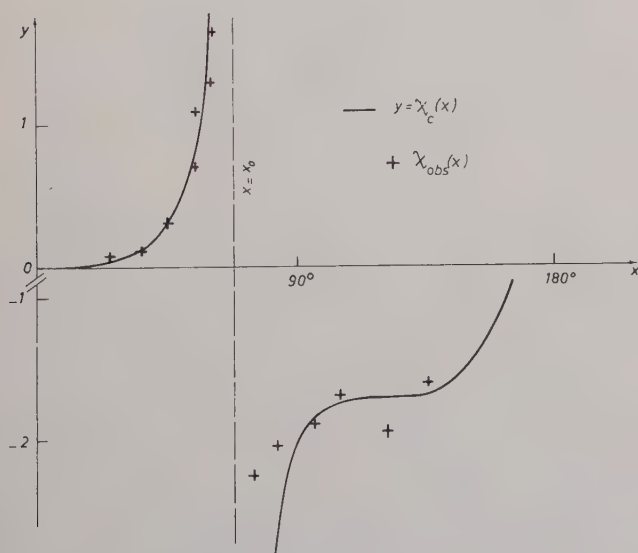


FIG. 37

Représentation de la fonction (B 9) de l'annexe B

$\chi_c(x)$ - courbe théorique

$\chi_{obs}(x)$ - valeurs observées.

avec ceci, l'expression de $\operatorname{tg} \varphi$, en fonction de la variable x , prend la forme :

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{2 \sin x - \sin 2x}{2 \cos x + \cos 2x} \quad (\text{B } 9)$$

Cette fonction, $y = \chi_c(x)$ a été représentée graphiquement sur la figure 37. L'asymptote verticale $x = x_0$ sert à ajuster la valeur de δ pour la fonction $\operatorname{tg} \varphi = \chi_{obs}(t)$ * de façon à obtenir que :

$$x_0 = \frac{2}{3} \pi t_0 \delta \quad (\text{B } 10)$$

où $t = t_0$ est l'asymptote verticale de

$$\operatorname{tg} \varphi = \chi_{obs}(t).$$

B3. — DESCRIPTION DES CALCULS

On calcule d'abord les coefficients de Fourier de l'intensité à l'aide des formules :

$$C(n, l) = \frac{1}{f_a^{1/2}} \int_{-1/2}^{1/2} I(s, l) \exp \{ 2 \pi i n s \} ds \quad (\text{B } 11 \text{ a})$$

où

$$I(s, l) = \frac{4 \pi R \lambda \sin^2 \theta_0}{K a_3} P(2\theta, \theta_0) \quad (\text{B } 11 \text{ b})$$

et

$$s = \frac{2 a_3 \cos \theta_0}{\lambda} \cdot \theta - l \quad (\text{B } 11 \text{ c})$$

Cette dernière relation permet de calculer l'intervalle d'intégration — ici $l = 1$ et $\alpha_3 = \alpha_0 / \sqrt{2}$ avec $\alpha_0 \simeq 2,87 \text{ \AA}$ — dans l'expression (B 11 a). Comme $P(2\theta, \theta_0)$ est connue point par point (v. fig. 8), les intégrales sont remplacées par des sommes finies. Etant donné que $P(2\theta, \theta_0)$ est presque nulle lorsqu'on est allé loin de θ_0 , il est inutile de la mesurer sur tout l'intervalle d'intégration : on mesure le profil pour un angle de quelques degrés et on complète par des zéros.

Enfin, il ne faut pas oublier de corriger le fond continu (on le suppose linéaire en 2θ). En divisant les $C(n, l)$ par $C(0, l)$ on obtient les coefficients de Fourier normalisés, qui ne dépendent pas des constantes f_a et K , qu'il est donc superflu de connaître.

* $\chi_{obs}(t)$ est la fonction obtenue à partir du profil de raie enregistré, par déconvolution du profil de l'échantillon recuit.

a) CORRECTION INSTRUMENTALE.

On utilise la méthode de Stockes précédemment décrite : on divise terme à terme les coefficients de Fourier normalisés par ceux du profil instrumental, $g(s)$. Cette opération est effectuée sur les modules (division) et sur les arguments (soustraction), on obtient ainsi $\rho_1(n)$ et $\varphi_1(n)$ (cf. équations (B 4) et (B 5 a)).

b) MESURE DE LA QUADRATICITE.

Nous avons montré que $\varphi_1(n) = \varphi_2(n)$. La fonction $\text{tg } \varphi = \chi_{\text{obs}}(n)$ est de la forme :

$$\text{tg } \varphi(n) = \frac{2 \sin x - \sin 2x}{2 \cos x + \cos 2x} \quad (\text{B 9 bis})$$

avec

$$x = \frac{2}{3} \pi n \delta \quad (\text{B 10 bis})$$

En comparant graphiquement les valeurs expérimentales de $\chi_{\text{obs}}(n)$ avec $\chi_o(n)$ (v. fig. A-2), on peut tirer la valeur de δ qui donne la meilleure approximation. On calcule alors $\rho_2(n)$ par la relation (B 7 b) et on déduit les coefficients « vrais ».

$$\Phi(n) = 3 \frac{\rho_1(n)}{\rho_2(n)} \quad (\text{B 12})$$

A partir du δ calculé on peut donner une teneur en carbone interstitiel octaédrique « z », x_i : en effet, pour le doublet (110)-(101), on a :

$$\frac{c - a}{a} = \cot \theta_0 \cdot \delta \quad (\text{B 13})$$

où

$$\left. \begin{aligned} c &= a_0 + 0,116 x_i \\ a &= a_0 - 0,013 x_i \end{aligned} \right\} \quad (\text{B 14})$$

d'où

$$\frac{c - a}{a} \simeq \frac{c - a}{a_0} = 0,129 a_0^{-1} x_i \quad (\text{B 15})$$

soit, en prenant $a_0 = 2,87 \text{ \AA}$:

$$x_i \simeq 22,22 \cdot \delta \cdot \cot \theta_0 \quad (\text{B 16})$$

soit encore, compte tenu de (B 10 bis) :

$$x_i \simeq \frac{3}{2} \frac{x_0 \cdot \cot \theta_0}{\pi n}$$

c) TAILLE DES DOMAINES COHERENTS ET DISTORSIONS DU RESEAU.

On suppose que la déformation des domaines cohérents est homogène, c'est-à-dire que les mailles d'un même domaine cohérent ont la même déformation.

Soit ε la largeur intégrale de la distribution $p_0(\tau, Z)$ où

$$p(\tau, Z) = N(\tau) p_0(\tau, Z)$$

et

$$p_0(\tau, Z) dZ = 1$$

avec $N(\tau) =$ nombre de domaines de taille τ .

On a donc :

$$p_0(\tau, Z) = (1/\tau \varepsilon) \exp \{-\pi Z^2/\tau^2 \varepsilon^2\}$$

Un calcul déjà classique permet alors d'arriver à l'expression :

$$\frac{-1}{|n|} \text{Log } F(n) = \frac{1}{D} + \left(\pi l^2 \varepsilon^2 - \frac{1}{2D^2} \right) |n| \quad (\text{B 18})$$

où

$$F(n) = \Phi(n)/\Phi(0)$$

En portant sur un graphique le terme de gauche, calculé à partir du profil enregistré (v. équation B 12), les points doivent s'aligner et l'ordonnée à l'origine et la pente permettent de calculer D et ε . Les premiers points ne sont pas alignés à cause de « l'effet de crochet » signalé déjà par Evans et Buenneke (v. fig. 38).

Une mesure précise de la position du centre de gravité (cf. B 4) permet, connaissant δ , de calculer a et c . La valeur de a_0 calculée à partir de a , c et δ est la valeur du paramètre de la martensite que l'on aurait en absence de carbone. La variation de ce paramètre nous renseigne sur la moyenne arithmétique des distorsions. On en déduit la moyenne quadratique des distorsions Σ par la formule :

$$\Sigma^2 = \left(\frac{\Delta a_0}{a_0} \right)^2 + \frac{\varepsilon^2}{2\pi} \quad (\text{B 19})$$

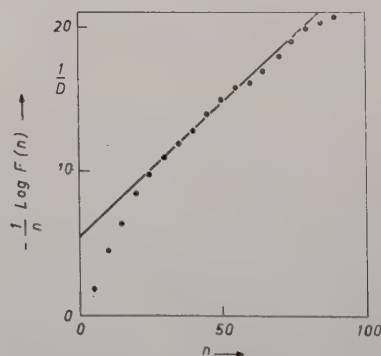


FIG. 38

Calcul de D et ε , points expérimentaux, droite théorique.

Le premier terme de la somme tient compte de la moyenne des distorsions et le deuxième des écarts autour de cette moyenne.

On obtient ainsi, à la suite de ces calculs :

x_i : concentration du carbone en solution interstitielle (octaédriques « z »).

D : taille moyenne des domaines cohérents.

Σ^2 : moyenne quadratique des distorsions.

B4. — ERREURS ET LIMITES

DE LA MÉTHODE

Pour une estimation des erreurs qui accompagnent les résultats quantitatifs exposés il faut, tout d'abord, répertorier et caractériser ses sources. Sont causes d'erreurs, entre autres :

a) Le polychromatisme et l'astigmatisme du faisceau et l'étendue des fentes (« effet de parapluie »).

b) Le défaut de centrage du goniomètre et son erreur de zéro.

c) L'efficacité (rendement) du comptage, lors de l'enregistrement.

d) Les approximations faites lors des calculs.

Les causes a) et c) déforment le profil enregistré; b) produit une erreur sur la mesure de θ_0 .

Les erreurs produites par a) et c) affectent directement les valeurs des composantes de Fourier calculées, car chaque composante s'obtient par une somme faisant intervenir tout le profil enregistré.

Les profils ont été obtenus point par point avec un pas de $0,05^\circ$ pour h (s) et de $0,02^\circ$ pour g (s), le temps de comptage étant de 4 mn dans le premier cas et de 2 mn dans le deuxième (v. fig. 8). Malgré cette description assez complète des profils enregistrés nous avons seulement calculé un coefficient de Fourier sur cinq. Nous pensons que nous som-

mes ainsi *en deçà* de la précision inhérente à l'enregistrement et que les erreurs qui sont à calculer sont celles provenant de b) et d).

— Calcul de l'erreur ($\Delta x_i/x_i$).

D'après l'expression calculée pour x_i en fonction de δ (B 16), on a :

$$\frac{\Delta x_i}{x_i} \simeq \frac{\Delta K}{K} + \frac{\Delta (\cot \theta_0)}{\cot \theta_0} + \frac{\Delta \delta}{\delta}$$

Etant donné que l'on connaît seulement les coefficients de Fourier de la forme

$$C_{5n} \quad (n = 0, 1, 2, \dots),$$

l'écart des composantes du doublet δ n'est connu qu'aux points situés en deçà et au delà de l'asymptote, on a :

$$\delta_n = \frac{3}{2} \frac{x_0}{\pi n}$$

$$\delta_{n+5} = \frac{3}{2} \frac{x_0}{\pi (n+5)}$$

On observe que plus la teneur en carbone est haute, plus l'asymptote est décalée vers les petites valeurs de n . Ainsi par exemple :

$$\text{pour } x_i \sim 0,3 \quad n \sim 100$$

$$\text{pour } x_i \sim 0,2 \quad n \sim 150$$

Nous avons pris comme mesure de δ la moyenne $(\delta_n + \delta_{n+5})/2$. L'erreur relative maximale que l'on introduit est alors :

$$\frac{\delta}{\Delta \delta} \simeq \begin{cases} 2,5 \cdot 10^{-2} & \text{pour } x_i \approx 0,3 \\ 1,5 \cdot 10^{-2} & \text{pour } x_i \approx 0,2 \end{cases}$$

L'erreur $\Delta (\cot \theta_0)/\cot \theta_0$ est due à l'imprécision de lecture sur le goniomètre et au défaut d'excentricité du montage. Les mesures de profil de raie sur un échantillon-type (Au-raie (200), $2 \theta_0 \sim 52^\circ$), de paramètre connu, nous ont permis d'évaluer cette erreur: la valeur calculée est de $\pm 2 \cdot 10^{-2}$.

Finalement, en supposant que les données sur les pentes des droites (B 14) sont connues à 10^{-4} près, la valeur de $\frac{\Delta K}{K}$ est inférieure à $0,2 \cdot 10^{-4}$.

Ainsi donc, les erreurs relatives pour x_i sont pour :

$$x_i \sim 0,3 \% \quad \Delta x_i \sim \pm 0,015 \%$$

$$x_i \sim 0,2 \% \quad \Delta x_i \sim \pm 0,008 \%$$

Cette méthode est donc assez précise pour que les variations observées puissent être jugées significatives.

Elle n'est pas, cependant, assez précise pour

permettre la détermination des paramètres c et a avec plus de 4 chiffres significatifs.

NOTE. — Ce calcul et la méthode de dépouillement des profils enregistrés sont le prolongement et la mise en œuvre d'un travail commencé par MM. Thivellier et Le Bon et continué en collaboration avec eux.

Les références bibliographiques de base sont les travaux, déjà classiques, de Warren, Averbach, Kagan et Snovidov, entre autres^{56, 57, 58, 59, 60}.

ANNEXE C

Calcul de la contraction dilatométrique

On expose ici le calcul de la contraction dilatométrique $(\Delta l/l)_c$ que l'on observerait pour un échantillon martensitique ayant subi la variation de volume spécifique résultante de la transformation :

$$\alpha \rightarrow M_3C + \alpha' \quad (C1)$$

où

α = martensite à x_i^a % de carbone interstitielle dans les sites octaédriques « z » ;

α' = martensite à x_{iR}^a % de carbone interstitielle dans les sites octaédriques « z » ;

M_3C = cémentite (4 molécules M_3C par maille orthorhombique).

Les quantités x_i et x_{iR} , précédemment définies (cf. § 3.5) sont exprimées ici en pourcentage atomique : on obtient les pourcentages atomiques x_i^a et x_{iR}^a à partir des pourcentages pondéraux x_i et x_{iR} en tenant compte de la composition pondérale de l'alliage (cf. § 2.4).

Ainsi pour l'acier de nuance Z 30 C 13, on a :

$$x^a = \frac{(p_C^a)^{-1} \cdot x}{0,3 (p_C^a)^{-1} + 11,7 (p_{Cr}^a)^{-1} + 88 (p_{Fe}^a)^{-1}} \quad (C2)$$

où

$$p_{Cr}^a = 51,99 \text{ g/at. gramme}$$

$$p_{Fe}^a = 55,84 \text{ g/at. gramme}$$

$$p_C^a = 12,01 \text{ g/at. gramme}$$

Soit un échantillon de 10^6 atomes d'alliage. Pour calculer $(\Delta l/l)_c$ on doit calculer d'abord :

- V_M , volume initial de l'échantillon (à l'état trempé et avant revenu).
- V_{MR} , volume de la martensite α' formée pendant le revenu.
- V_C , volume de carbure formé après revenu

En fonction de ces trois quantités, la variation de volume de l'échantillon produite par la transformation* représentée par la formule (C 1), s'écrit :

$$\frac{\Delta V}{V} = \frac{V_M - (V_{MR} + V_C)}{V_M} \quad (C3)$$

La contraction dilatométrique est égale à un tiers de la contraction en volume, on a donc :

$$\left(\frac{\Delta l}{l}\right)_c = \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} \quad (C4)$$

a) CALCUL DE V_M .

A l'état trempé la martensite contient :

- $x_i^a \cdot 10^4$ atomes de carbone interstitiels.
- $(10^6 - x_i^a \cdot 10^4)$ atomes de métal (Fe + Cr).

* On fait l'hypothèse suivante : la contraction est due uniquement au changement de volume qui accompagne la précipitation, compte non tenu des relaxations aux interfaces matrice-précipité.

Soit V_M^* le volume de la maille élémentaire de la martensite à x_{i^a} % de carbone interstitiel (cf. annexe B). Le volume occupé par les 10^6 atomes est donné par :

$$V_M = \frac{V_M^*}{2} (10^6 - x_{i^a} \cdot 10^4) \quad (C 5)$$

b) CALCUL DE V_{MR} .

Le pourcentage de carbone interstitiel ayant contribué à la formation de cémentite est $x_c^a = x_{i^a} - x_{iR^a}$. Le nombre d'atomes de carbone dans le précipité, n , est :

$$n = x_c^a \cdot 10^4 \quad (C 6)$$

Le nombre d'atomes de métal (Fe + Cr) dans le précipité est :

$$N_P = 3 n \quad (C 7)$$

Le nombre d'atomes de métal dans la martensite revenue (α') est :

$$N_{MR} = 10^6 - x_{iR^a} \cdot 10^4 - N_P \quad (C 8)$$

Le volume de la maille élémentaire de la martensite à x_{iR^a} % de carbone interstitiel est V_{MR}^* (cf. : annexe B). Des expressions (C 6), (C 8) et (C 8) il vient que :

$$V_{MR} = \frac{V_{MR}^*}{2} \cdot N_{MR} \quad (C 9)$$

c) CALCUL DE V_C .

Compte tenu de la composition chimique de la maille orthorhombique de la cémentite, on trouve que :

$$V_C = \frac{V_C^*}{4} \cdot n \quad (C 10)$$

où V_C^* = volume de la maille orthorhombique de la cémentite.

Il faut remarquer que $\frac{\Delta l}{l} < 0$ pour la transformation indiquée (C 1). La précipitation de cémentite s'accompagne d'une contraction : autrement dit, le volume occupé par α' et le carbure est *plus petit* que le volume occupé par α .

BIBLIOGRAPHIE

1. W. E. DUCKWORTH. — *J. of Metals* (août 1966), p. 915.
2. J. J. JONAS, C. M. SELLARS et J. MCGREGOR TEGART. — *Metals and Materials*, Rev. n° 130 (janvier 1969).
3. E. N. SOKOLKOV. — *Fiz. Metal i Metalloved* (1965), 3, n° 1, p. 79.
4. D. I. BRON. — *M.I.T.O.M.* (1963), 4, p. 30-31.
5. E. N. SOKOLKOV et al. — *Fiz. Metal i Metalloved* (1958), 6, n° 2, p. 276.
6. E. N. SOKOLKOV et al. — *Fiz Metal i Metalloved* (1958), 6, n° 4, p. 762.
7. E. V. BYCHINSKAYA et al. — « Termomejani-cheskaia obratoka malouglerodisteix stalei ». *Comptes rendus de l'Institut Polytechnique de Perms* (URSS), t. 26, p. 105.
8. E. V. ASTAF'EVA et al. — *M.I.T.O.M.* (1961), n° 8, p. 54.
9. M. L. BERNSHTEIN et al. — *M.I.T.O.M.* (1963), n° 4, p. 5-8.
10. V. S. IVANOVA et L. K. GORDIENKO. — *I.S.I. Public*, n° 109 (1968).
11. M. L. BERNSHTEIN et al. — *M.I.T.O.M.* (1961), n° 1, p. 23-28.
12. A. P. GULJAEV et A. S. SHIGAREV. — *M.I.T.O.M.* (1961), n° 5, p. 9.
13. A. P. GULJAEV et A. S. SHIGAREV. — *M.I.T.O.M.* (1963), n° 4, p. 9-12.
14. D. J. LATHAM. — *BISRA Open Report* MG/A/81/67.
15. J. L. CASTAGNE, J. GAL, A. PINEAU et SINDZINGRE. — *Mém. Sc. Rev. Métal* (1967), 64, n° 4, p. 319-330.
16. L. RAYMOND, W. W. GERBERICH et C. F. MARTIN. — *J.I.S.I.* (sept. 1965), p. 933.
17. E. B. et J. M. DHOSI. — *Trans. A.S.M.*, vol. 52, p. 321.
18. A. P. BASTCHENKO et al. — *M.I.T.O.M.* (1966), n° 4, p. 19-21.
19. HYSPECKA et al. — *Mém. Sc. Rev. Mét.*
20. L. V. SMIRNOV et V. D. SADOVSKII. — *Problemy Metallovedeniya i Termicheskoi Abrabotki.* » M. Sverdlovsk, Mashgiz (1956), 120.
21. E. B. KULA et S. V. RADCLIFE. — *J. of Metals* (oct. 1963), p. 755.
22. L. LEPOT, T. GRENAY et L. HABRAKEN. — MP-19/68, MPS-76 (1968). *CNRM* (Liège, Belgique).
23. L. LEPOT. — MP-1/69, MPS-77 (1969). *CNRM* (Liège, Belgique).
24. C. IONESCU. — RE-51 (1968), Publ. IRSID (France).
25. M. L. BERNSHTEIN et al. — *Fiz. Metal : Metalloved* (1963), (15, n° 1, p. 82-90).
26. C. ROSSARD et al. — « Ecrouissage et recristallisation des aciers par déformation plastique à haute température. » *Mém. Sc. Rev. Mét.* (avril 1969), 66, n° 4, p. 263.
27. C. ROSSARD. — « Contribution à l'étude de la déformation plastique à chaud des aciers. » Thèse de doctorat ès Sciences, Paris (1960). *Editions Métaux*, Saint-Germain-en-Laye.
28. D. J. SCHMATZ et V. F. ZACKAY. — *Trans. A.S.M.* (1959), 51, p. 476.
29. A. D. GULJAEV et A. S. SHIGAREV. — *M.I.T.O.M.* (1963), n° 4, p. 9.
30. N. SASSU. — *Metallurgia* (Roumanie) (1964), p. 6.
31. R. A. GRANGE et al. — *Met. Eng. Quarterly* (1961), 1, p. 41.
32. L. I. KOGAN et P. I. ENTIN. — *M.I.T.O.M.* (1962), n° 1, p. 3.
33. A. LE BON, J. ROFES-VERNIS, C. ROSSARD et D. THIVELLIER. — Communication présentée aux Journées d'automne de la S.F.M. (1969). *Mém. Sc. Rev. Mét.* (1970), 67, n° 7-8, p. 441.
34. G. V. KURDJUMOV. — *M.I.T.O.M.* (1960), n° 10, p. 22.
35. L. I. MIRKIN. — *Fiz. Metal i Metalloved* (1961) n° 3, p. 472.

36. L. I. MIRKIN. — *Dokl. Akad. Nauk, URSS* (1962), 142, n° 6, p. 1289.
37. M. F. KELLY et J. NUTTING. — *Proc. Roy. Soc.* (1960), A 259, p. 45.
38. M. F. KELLY et J. NUTTING. — *J.I.S.I.* (1961), 199.
39. M. F. KELLY et J. NUTTING. — *J.I.S.I. Spec. Report I.S.I.*, n° 76.
40. M. L. BERNSHTEIN et al. — *M.I.T.O.M.* (1962), n° 12, p. 34.
41. J. ROFES-VERNIS. — *C. R. Acad. Sc. Série C* (1969), 269, p. 1273.
42. M. L. BERNSHTEIN et al. — *Fiz. Metal i Metalloved* (1967), 24, n° 3, p. 463.
43. Mme S. BÉCHET et L. BEAUJARD. — Nouveau réactif pour la mise en évidence micrographique du grain austénitique des aciers trempés ou trempés-revenus. *Rev. de Métal.* (oct. 1955), 52, n° 10, p. 380. Publ. IRSID, série A (janvier 1956), n° 120.
44. S. G. ANSELL et A. ARROT. — *Trans. AIME* (1963), 227, 5.
45. C. ROSSARD et P. BLAIN. — « Recherches sur la déformation à chaud des aciers. » Publ. IRSID, série A (oct. 1957), n° 174 et 174 bis.
46. P. BLAIN et C. ROSSARD. — « Machines de torsion et de traction permettant la simulation au laboratoire des processus industriels de mise en forme par déformation plastique à chaud. » *Publ. IRSID*, RE 46; LA-163, mars 1968.
47. G. DELBART et A. CONSTANT. — « Courbes de transformation des aciers de fabrication française. » *Editions Métaux*, Saint-Germain-en-Laye.
48. C. ROSSARD et B. FAZAN. — *Cahiers du CESSID* (1968).
49. D. S. FIELDS et W. A. BACKOFEN. — *Proc. of A.S.T.M.* (1957), 37, p. 1259-1272.
50. C. ROSSARD et P. BLAIN. — *Rev. de Métal.* (1962), 59, n° 3.
51. C. ROSSARD et A. LE BON. — « Harterei Technische Mitteilungen » (1959), 24, n° 3, p. 221-225. Rapport IRSID, RE 47. Communication présentée au 12^e Colloque International sur les Traitements Thermiques. Lucerne (mai 1968).
52. A. NADAI. — « Theory of flow and fracture of solids. » McGraw-Hill Book Co. Inc., New-York (USA), vol. I, ch. 21.
53. Y. MEYZAUD et G. MURRY. — « Durcissement d'aciers martensitiques par précipitation de carbures spéciaux. » Contrat DGRST-IRSID, n° 6700 671. A paraître *Mém. Sc. Rev. Mét.*
54. ROUSSEV. — Communication présentée aux Journées d'automne de la S.F.M. (1969).
55. M. E. BLANTER et A. I. SURIN. — *M.I.T.O.M* (1964), 8, 21.
56. A. GUINIER. — « Théorie et technique de la radioerystallographie. » Dunod Ed., Paris (1964).
57. B. E. WARREN et B. L. AVERBACH. — *J. Appl. Phys.* (1950), 21, 595.
58. E. F. BERTAUT. — *Acta Crystal* (1952), 5, 117.
59. EVANS et BUENNEKE. — *Trans. AIME*, 227, n° 2, ap. 63, p. 447-457.
60. A. S. KAGAN et V. M. SNOVIDOV. — *Fiz. Metal i Metalloved*, 19, n° 2.

Extrait de " Métaux, Corrosion, Industrie ", n°s 551, juin 1971, et 553, septembre 1971
